

---

# **Anwendungsgrenzen des Feuerverzinkens für HV-Schrauben großer Abmessungen unter Berücksichtigung der Gefahr flüssigmetallinduzierter Rissbildung**

---

Vom Fachbereich Maschinenbau  
an der Technischen Universität Darmstadt

zur

Erlangung des Grades eines Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

genehmigte

DISSERTATION

vorgelegt von

Dipl.-Phys. Belash Bozorgian

aus Teheran

Berichterstatter:	Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. rer. nat. Andreas Dreizler
Tag der Einreichung:	24.10.2016
Tag der mündlichen Prüfung:	08.02.2017
Darmstadt	2017



---

## Danksagung

---

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Fachgebiet und Institut für Werkstoffkunde der Technischen Universität Darmstadt.

Zuerst möchte ich mich bei meiner Frau Mahshid Mehmandoust für ihre Unterstützung und Geduld bedanken.

Dem Leiter des Fachgebietes und Instituts für Werkstoffkunde und der Staatlichen Materialprüfungsanstalt Darmstadt, Herr Prof. Dr.-Ing. Matthias Oechsner, danke ich für die Betreuung und Förderung der Arbeit, die konstruktiven Diskussionen, die Übernahme der Berichterstattung und vor allem für das in mich gesetzte Vertrauen. Herrn Prof. Dr. rer. nat. Andreas Dreizler Leiter des Fachgebietes Reaktive Strömungen und Messtechnik gilt mein Dank für die Übernahme der Mitberichterstattung.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Markus Hillmann, der mich bei der Korrektur dieser Arbeit stets unterstützt hat. Ebenfalls möchte ich mich herzlich bei Herrn Dr.-Ing. Holger Hoche, Leiter des Kompetenzbereichs Werkstoffanalytik im Institut für Werkstoffkunde, für seine Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit und das Korrekturlesen bedanken. Herrn Dr.-Ing. Rainer Landgrebe und Herrn Dipl.-Ing. Jörg Adelman danke ich für die wissenschaftliche Unterstützung und die vertrauensvolle Zusammenarbeit. Herrn Dr.-Ing. Jörg Beyer, Leiter des Kompetenzbereichs Bauteilfestigkeit im Institut für Werkstoffkunde, danke ich für die Diskussionen, das Korrekturlesen und die Bereitstellung der nötigen Freiräume bei der Fertigstellung meiner Arbeit. Bei Frau Dr.-Ing. Ina Etzler-Rentrop und den Angestellten der Verzinkerei Rentrop bedanke ich mich für die Unterstützung bei der Durchführung der Versuche. Weiterhin möchte ich mich bei allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Zentrums für Konstruktionswerkstoffe, die einen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet haben, bedanken.

Die Arbeit enthält Forschungsergebnisse aus einem öffentlich geförderten Forschungsprojekt. An dieser Stelle bedanke ich mich beim Gemeinschaftsausschuss Verzinken e.V. (GAV) und dem Deutschen Schraubenverband e.V. (DSV), insbesondere bei den Herren Dipl.-Ing. Mark Huckshold und Dr.-Ing. Stefan Beyer, deren Unterstützung Voraussetzung für die Förderung des Forschungsprojekts war und den Grundstein für diese Arbeit legte.

### Erklärung:

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit, abgesehen von den in ihr ausdrücklich genannten Hilfen, selbständig verfasst habe.

Darmstadt, 25.10.2016



---

## Abstract

---

Das Feuerverzinken ist in der industriellen Praxis ein kostengünstiges und schnell durchführbares Verfahren zum Korrosionsschutz von Stahlbauteilen. In der Vergangenheit stellte sich heraus, dass sich insbesondere das Hochtemperaturverzinken (HT-Verzinken) für den Korrosionsschutz von Schrauben eignet, da weitgehend unabhängig vom verwendeten Stahl des zu verzinkenden Bauteils ein gleichmäßiger und dünner Zinküberzug erzielt wird. Dies ist mit der Normaltemperaturverzinken (NT-Verzinken) nicht möglich, da hier die resultierende Schichtdicke sehr stark von der chemischen Zusammensetzung des Grundwerkstoffs abhängt. Der dünne HT-Zinküberzug hat positive Auswirkungen auf die Gewindegängigkeit, die Einhaltung der geforderten Fertigungstoleranzen und somit auf die reproduzierbare Einstellung der Vorspannkräfte bei der Montage. Mit zunehmendem Schraubendurchmesser steigt die Rissbildungsgefahr beim Feuerverzinken infolge flüssigmetallinduzierter Spannungsrisskorrosion (Liquid Metal Assisted Cracking – LMAC). Daher ist die HT-Verzinkung heute nur für Schrauben mit einem Durchmesser bis max. M24 zulässig.

Ziel dieser Arbeit ist die Erarbeitung von wissenschaftlich und technisch abgesicherten Erkenntnissen bezüglich der Anwendbarkeit des HT-Verzinkens für hochfeste Schrauben großer Abmessungen bis M72. Dazu wurde während des Feuerverzinkungsprozesses die zeitliche Temperaturänderung in schraubenähnlichen Proben der Abmessungen M36 und M72 an verschiedenen Stellen gemessen. Diese Messungen ermöglichten die Bestimmung der entstehenden Temperaturgradienten. Anhand dieser Temperaturgradienten und der ermittelten mechanischen Eigenschaften der Schraubenwerkstoffe wurden dann die Induzierten Spannungen in einer Schraube während des Feuerverzinkens mittels der Finite-Elemente-Methode (FEM) berechnet. Die Simulationen weisen darauf hin, dass beim Feuerverzinken im ersten Gewindegang die höchsten Zugspannungen induziert werden. Sie können im ersten Gewindegang bei Schrauben der Abmessungen M64 und M72 ohne Vorwärmen vor der Feuerverzinkung zu LMAC führen. Die Simulationsergebnisse decken sich bezüglich der maximalen Spannungen sehr gut mit dem durch die zerstörungsfreie Rissprüfung detektierten Rissort an verzinkten Proben. Die Untersuchungen zeigen, dass Hochtemperaturverzinken (HT-Verzinken) hochfester Schrauben bis zur Abmessung M48 auch ohne Vorwärmen LMAC frei sicher und reproduzierbar möglich ist. Durch die Vorwärmung hochfester Schrauben auf 250 °C ist die sichere Anwendung der HT-Verzinkung sogar für größere Abmessungen bis maximal M72 möglich.

Zusätzlich wurde ein Kriterium entwickelt, womit die Bestimmung des LMAC-Rissinitiierungspunkts, unter Verwendung der bei einem modifizierten Zugversuch in der Zinkschmelze erfassten Daten, ermöglicht wird. Dazu wurden die im modifizierten Zugversuch ermittelten Steifigkeits-Aufweitungskurven von in der Zinkschmelze belasteten Proben, mit den Ergebnissen von in einer Salzsäure belasteten Proben verglichen. Hieraus wurde ein kritischer Punkt für die LMAC-Rissinitiierung ermittelt. Unter Verwendung des so festgestellten LMAC-Riss-Initiierungspunktes wurde mit der Finite-Elemente-Methode eine Spannung definiert, unterhalb derer es nicht zur Bildung von LMAC-Rissen kommt.

Die in dieser Arbeit festgestellten Ergebnisse stellen demnach eine wissenschaftlich-technologisch abgesicherte Grundlage, für die sichere Anwendung der HT-Verzinkung für hochfeste Schrauben mit deutlich größerer Abmessung als M24, dar.



---

## Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>3</b>
2.1	Feuerverzinken	3
2.1.1	Ablauf des Stückverzinkens	3
2.1.2	Schichtaufbau	5
2.1.3	Feuerverzinken von Verbindungselementen	8
2.2	Flüssigmetallinduzierte Rissbildung (LMAC)	8
2.2.1	Einleitung	9
2.2.2	Mechanismus der LMAC	10
2.2.3	Einflussfaktor Spannung	16
<b>3</b>	<b>Problemstellung und Zielsetzung</b>	<b>21</b>
3.1	Problemstellung	21
3.2	Zielsetzung	22
3.3	Vorgehensweise	22
<b>4</b>	<b>Bestimmung der Anwendungsgrenzen der Feuerverzinkung</b>	<b>25</b>
4.1	Feuerverzinken der Schrauben	25
4.2	Rissuntersuchung	27
<b>5</b>	<b>Ermittlung der Kennwerte für die FEM-Simulation</b>	<b>31</b>
5.1	Gleichmäßigkeit der thermischen und mechanischen Eigenschaften	31
5.2	Spezifische Wärmekapazität	34
5.3	Wärmeleitfähigkeit	36
5.4	Elastizitätsmodul	39
5.5	Aufnahmen der Fließkurven	39
5.6	Messung der Temperatur während des Feuerverzinkens	40
<b>6</b>	<b>Berechnung der auftretenden Spannung</b>	<b>45</b>
6.1	Bestimmung des (effektiven) Wärmeübergangskoeffizienten	45
6.1.1	Probenform	47
6.1.2	Probendurchmesser	51
6.2	Herleitung weiterer Wärmeübergangskoeffizienten aus errechneten Werten	57
6.3	Simulation der thermisch induzierten Spannungen in Schrauben	62
6.3.1	Simulation der durchgeführten Feuerverzinkungen	67
<b>7</b>	<b>Ermittlung der kritischen Spannung für LMAC</b>	<b>71</b>
7.1	Modifizierter Zugversuch in der Zinkschmelze	71
7.2	Erkenntnisse aus modifizierten Zugversuchen	73
7.3	Bestimmung des LMAC-Rissinitiierungspunktes	78
7.4	Bestimmung der kritischen Belastung	82
7.5	Bestimmung einer Grenzspannung für das Auftreten von LMAC	89
7.6	Anwendung	91

---

8	Zusammenfassung.....	95
9	Ausblick.....	99
	Literaturverzeichnis .....	101
	Abbildungsverzeichnis .....	107
	Tabellenverzeichnis.....	113
	Formelverzeichnis .....	115
	Anhang .....	117
	Lebenslauf .....	123



---

# 1 Einleitung

---

Die Verwendung der hochfesten Schrauben großer Abmessungen wird zunehmend wichtiger. Alleine die sehr starke Zunahme der globalen Windenergiegewinnung, durch Anwendung von immer leistungstärkeren Windenergieanlagen, erfordert den Einsatz hochfester Schrauben großer Abmessungen mehr als zuvor [1].

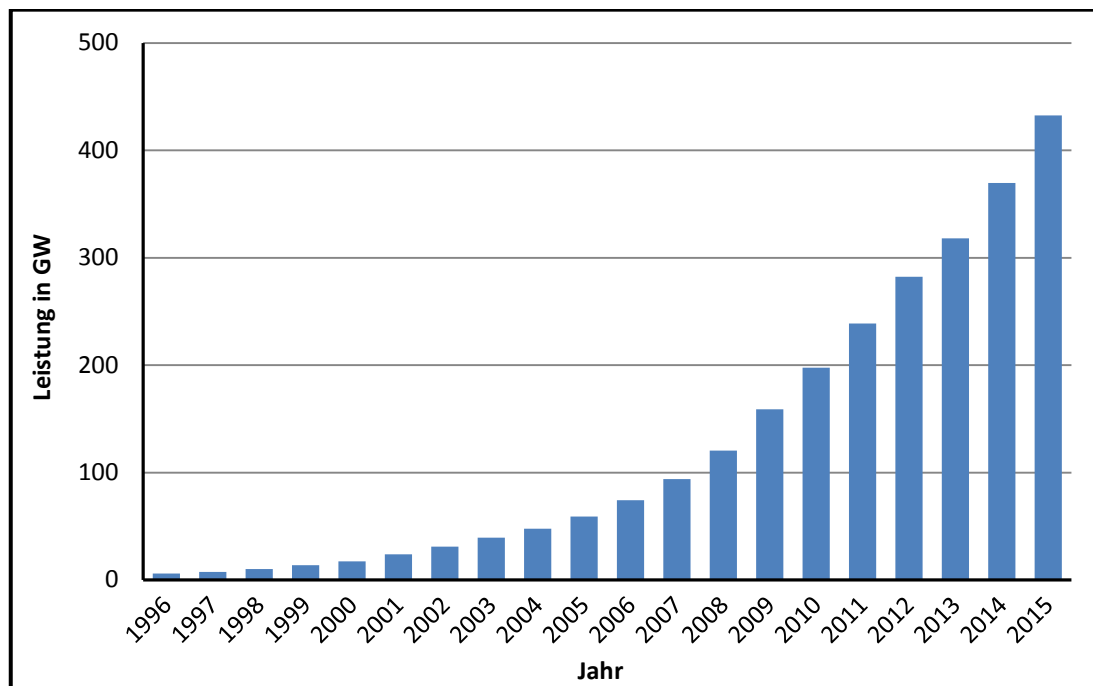


Bild 1: Installierte Windenergieleistung weltweit in Gigawatt [1].

Die Verwendung von HV-Schrauben großer Abmessungen ermöglicht eine im Verhältnis zum Einsatz herkömmlicher Stahlbauschrauben bessere Ausnutzung der Schraubenfestigkeit. Hierdurch werden bei gleicher Belastung weniger Schrauben benötigt. Dadurch reduziert sich die Gesamtmasse der Konstruktion. Ebenso ergeben sich deutliche Kosteneinsparungen [2]. Gleichzeitig ermöglichen Schrauben großen Durchmessers die Aufnahme hoher Scherlasten, wie sie bei diesen Anwendungsfällen häufig auftreten [3]. Daher kommen heute im Stahlbau, insbesondere im Bereich der Windenergieanlagen, standardmäßig hochfeste Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9, mit Abmessungen größer als M24, zum Einsatz.

Feuerverzinken bietet für Schrauben, die hauptsächlich einer atmosphärischen Korrosionsbeanspruchung ausgesetzt sind, ein hochwirksames Korrosionsschutzsystem mit langer Schutzdauer [4]. Durch Feuerverzinken werden die Schrauben sehr schnell und preiswert sowohl passiv als auch aktiv gegen Korrosion geschützt [5]. Schrauben können entweder im Normaltemperatur-Verfahren (NT) oder im Hochtemperatur-Verfahren (HT) feuerverzinkt werden. Das HT-Verzinken hat den Vorteil, dass der gebildete Zinküberzug homogener und dünner als beim NT-Verzinken ist. Während die Schichtdicke beim NT-Verzinken sehr stark von der chemischen Zusammensetzung des zu verzinkenden Stahls abhängt, ist dieser Effekt bei der HT-Verzinkung für die üblichen Stähle praktisch irrelevant. Untersuchungen haben weiterhin gezeigt, dass HT-verzinkte Schrauben hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften bei zügiger oder schwingender Beanspruchung gleichwertig zu NT-verzinkten Schrauben sind [6- 10]. Die HT-verzinkten

---

Schrauben weisen eine gleichmäßigere Schichtstruktur und Schichtdicke des gebildeten Überzugs auf. Das wirkt sich positiv auf die Gewindegängigkeit (Gewindefunktion) und damit auf die sichere und reproduzierbare Einstellung der erforderlichen Vorspannkkräfte aus. Durch ihren dünnen Überzug werden HT-verzinkte Schrauben ressourcenschonender und auch wirtschaftlicher als NT-verzinkte Schrauben beschichtet. In der Regel müssen die NT-verzinkten Schrauben aufgrund der Streuungen in der Schichtdicke des Überzugs nachgewalzt werden, was höhere Herstellungszeiten und -kosten verursacht. Allerdings steigt im Gegenzug beim HT-Verzinken das Risiko einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung (Liquid Metal Assisted Cracking – LMAC), insbesondere bei HV-Schrauben großer Abmessungen [11], gegenüber dem NT-Verzinken stark an.

Derzeit werden die HV-Schrauben abhängig von ihrem Durchmesser NT- oder HT-verzinkt. Es existieren Richtlinien für die Herstellung feuerverzinkter Schrauben [12], wonach lediglich HV-Schrauben bis zur Abmessung M24 im HT-Verfahren verzinkt werden können. Dieses Regelwerk basiert auf Forschungen aus den 1990er Jahren [13]. In den damaligen Untersuchungen zur Ermittlung der Grenzabmessung für die HT-Verzinkung wurde allerdings eine hochlegierte Zinkschmelze verwendet, die den heutigen Standards nicht mehr entspricht. Nach heutigen Erkenntnissen wurde durch eben diese hochlegierten Zinkschmelzen das Risiko einer LMAC deutlich erhöht [14].

Vor diesem Hintergrund ist die Grenzabmessung von M24 für die HT-Verzinkung bei den heutigen, modernen Vergütungsstählen sowie den heute verwendeten, niedriglegierten Zinkschmelzen kritisch zu hinterfragen und auf Basis wissenschaftlich-technisch abgesicherter Studien neu zu definieren.

Das zuverlässige, rissfreie Feuerverzinken von HV-Schrauben größerer Abmessungen ist die Voraussetzung für die unbedenkliche Nutzung im Stahlbau und Schwermaschinenbau, um insbesondere die Wettbewerbsfähigkeit der Schraubenindustrie und der Feuerverzinkungsindustrie in Zukunft zu sichern. Daher soll eine Belastungsgrenze unter Berücksichtigung von Schraubenwerkstoff und Zinkschmelze bestimmt werden, um eine rissfreie Feuerverzinkung sicherzustellen. So kann in Zukunft das Feuerverzinken als leistungsfähiger Korrosionsschutz auch für HV-Schrauben größerer Abmessungen verwendet werden.

Bei Verfügbarkeit einer Beanspruchungsgrenze (abhängig von Bauteilwerkstoff, Zinkbadklasse, Feuerverzinkungstemperatur und Vorwärmtemperatur), oberhalb derer mit LMAC gerechnet werden muss, könnte bereits in der Entwurfsphase eines Bauteiles mit geeigneten Simulationen geprüft werden, ob die Beanspruchung während des Feuerverzinkens in einem Bauteil zur LMAC-Rissinitiierung führt. Falls dies der Fall ist, kann durch entsprechende Maßnahmen, wie z.B. Bauteilvorwärmung bzw. Anpassung der Vorwärmtemperatur, Änderung des Werkstoffes oder Änderung der Konstruktion, dafür gesorgt werden, dass diese Spannungsgrenze nicht überschritten wird. Neben dem zusätzlichen wirtschaftlichen und zeitlichen Vorteil werden damit die Bauteilsicherheit und -zuverlässigkeit signifikant erhöht.

---

## 2 Stand der Technik

---

Feuerverzinken ist ein äußerst effektives und kostengünstiges Verfahren zum Schutz des Stahls gegen Korrosion [15]. Die Feuerverzinkung stellt damit vielfach die wirtschaftlichste Korrosionsschutzmaßnahme für Stahlbauteile und deren Verbindungselemente dar. Dies gilt insbesondere bei Stahlkonstruktionen, die für Wartungs- und Instandhaltungsmaßnahmen schwer zugänglich sind und zugleich einer besonders hohen korrosiven Beanspruchung unterliegen, wie beispielsweise die Schraubenverbindungen von Windenergieanlagen im Offshore-Bereich. Durch Feuerverzinken kann die Schutzwirkung zumeist über die gesamte Nutzungsdauer des Bauteiles sichergestellt werden.

---

### 2.1 Feuerverzinken

---

Feuerverzinken ist ein Beschichtungsverfahren, bei dem Stahlbauteile in geschmolzenes Zink eingetaucht werden. Hierbei wird auf den Oberflächen der Stahlbauteile ein metallischer Überzug durch Kontakt zwischen Stahl und geschmolzenem Zink gebildet. Dieser, an der Stahloberfläche entstehende Überzug, besteht aus einer Zink-Eisen-Legierung unterschiedlicher Zusammensetzung und ist sehr widerstandsfähig gegen Korrosion [16].

Der Überzug bewirkt sowohl einen passiven als auch einen aktiven Korrosionsschutz. Durch die durchgängige Zinkschicht wird der zu schützende Grundwerkstoff vom Korrosionsmedium getrennt (passiver Korrosionsschutz). Bei einer Verletzung des Zinküberzuges besteht durch die kathodische Schutzwirkung des Zinks noch ein effektiver, aktiver Korrosionsschutz, der zudem eine gewisse kathodische Fernwirkung aufweist [5].

Grundsätzlich können Stahlbauteile mit zwei unterschiedlichen Verfahren feuerverzinkt werden:

- Kontinuierliches Verfahren (Durchlaufverfahren)
- Diskontinuierliches Verfahren (Stückverzinken)

Das kontinuierliche Verfahren ist geeignet zum Feuerverzinken von Blechen und Bändern aus weichen Stählen sowie von Drähten [17, 18]. Das Stückverzinken hat einen großen Anwendungsbereich, angefangen von Stahlbauteilen für die Verkehrstechnik, die Energietechnik und das Baugewerbe, bis hin zur Kleinteilverzinkung von Verbindungselementen [4, 19].

---

#### 2.1.1 Ablauf des Stückverzinkens

---

Bevor die Stahlbauteile in das geschmolzene Zink eingetaucht werden, benötigen sie eine Oberflächenvorbehandlung. Andernfalls haftet die Zinkschicht nicht auf den Oberflächen der Stahlbauteile [20]. Der für die Feuerverzinkung erforderliche Prozess ist in Bild 2 schematisch dargestellt. Der eigentliche Verzinkungsvorgang findet erst im vorletzten Schritt statt.

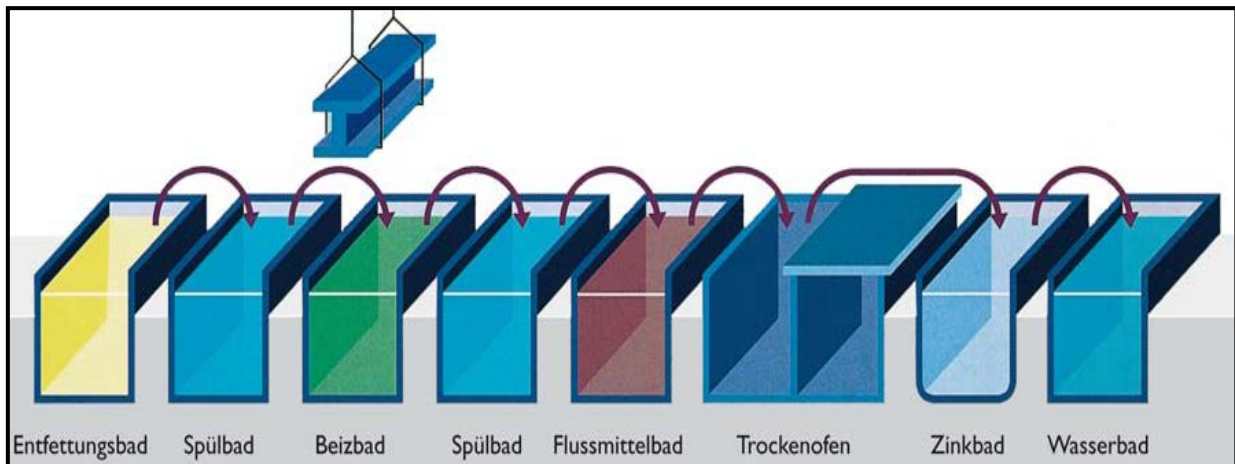


Bild 2: Schematischer Prozessablauf beim Feuerverzinken [21].

Der gesamte Feuerverzinkungsprozess kann in die folgenden Schritte aufgeteilt werden:

#### 1. Entfettung:

Die Stahlbauteile werden mit einem starken alkalischen Reiniger entfettet [22]. Danach wird die ätzende Reinigungslösung abgespült.

#### 2. Beizen:

Durch Beizen werden die arteigenen Verunreinigungen (zum Beispiel Rost und Zunder) von der Stahloberfläche entfernt. Das Beizen erfolgt überwiegend in verdünnter Salzsäure (10-15%ig). Die Beizdauer ist eine Funktion der Dicke der an der Oberfläche anhaftenden Oxide und Korrosionsprodukte [23]. Die maximale Beizdauer für HV-Schrauben beträgt 15 Minuten [12]. Um eine Wasserstoffaufnahme durch den Stahl zu vermeiden, muss die Beize mit einem entsprechenden Beizinhibitor versehen werden. Dies ist insbesondere bei hochfesten Stählen von Bedeutung, da mit steigender Festigkeit die Anfälligkeit gegenüber wasserstoffinduzierter Spannungsrisskorrosion zunimmt. Bevor die Stahlbauteile in das nachfolgende Flussmittelbad eingetaucht werden, müssen sie zur Vermeidung von Fehlfeuerverzinkungen hinreichend gespült werden [24-26].

#### 3. Flussmittel:

Das Flussmittel aktiviert die Stahloberfläche, sodass diese mit der Zinkschmelze gleichmäßig und schnell reagiert. Die industriell eingesetzten Flussmittel für das Trockenfeuerverzinken basieren auf Salzgemischen aus Zinkchlorid ( $\text{ZnCl}_2$ ) und Ammoniumchlorid ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ). Ihre Moleküle sind bis 200 °C stabil [5]. Die Konzentration der Flussmittel liegt bei einem Massenanteil von 35% bis 45%. Die flussmittelbehandelten Teile werden anschließend bei Temperaturen bis zu 150 °C im Trockenofen getrocknet [27]. Bei der Verzinkung von Oberflächen, die nicht vollständig getrocknet sind, wird ein ungleichmäßiger und poriger Überzug gebildet [5].

#### 4. Feuerverzinken:

Die vorbehandelten Bauteile werden in das geschmolzene Zink eingetaucht. Bei größeren Konstruktionen kommt das NT-Verzinken zum Einsatz. Dabei liegt die Temperatur der Zinkschmelze im Bereich von 430 °C bis 490 °C [5]. Bei Kleinteilen, wie Verbindungselementen, kommt häufig das HT-Verzinken zur Anwendung. Die Verzinkungstemperatur liegt hierbei zwischen 530 °C und 620 °C [5]. Nach dem Hochtemperaturverzinken wird das überschüssige Zink durch den Einsatz von Zentrifugalmaschinen entfernt (Schleuderware). Die Teile müssen sofort nach dem Herausnehmen aus der Zinkschmelze geschleudert werden [5], damit das Zink

nicht bereits vollständig erstarrt ist. Dadurch werden die Schraubengewinde gängig und die Bohrungen passfähig. Dadurch werden die erforderlichen Toleranzen eingehalten.

Schrauben, die feuerverzinkt werden sollen, müssen mit einer vergrößerten Gewindetoleranz gefertigt werden, weil die gebildete Schicht bei der Feuerverzinkung im Vergleich zu anderen üblichen Beschichtungsverfahren für Schrauben wesentlich dicker ist [28]. Die geforderte Mindestdicke beträgt gemäß DIN 10684, 40  $\mu\text{m}$  [28].

## 2.1.2 Schichtaufbau

Das Schichtwachstum ist abhängig von Temperatur, Dauer der Feuerverzinkung, dem Siliziumgehalt des Stahles und der Zusammensetzung der Zinkschmelze.

Beim Eintauchen der Stahlbauteile in die Zinkschmelze findet eine doppelseitige Diffusion (Oberflächendiffusion) zwischen Eisen (Fe) und Zink (Zn) statt. Durch die Reaktion zwischen der Eisenoberfläche und der Zinkschmelze bilden sich intermetallische Eisen-Zink-Phasen [29]. Die Schichtbildung läuft in Richtung des thermodynamischen Gleichgewichts [30]. Im Phasendiagramm sind die zugehörigen intermetallischen Eisen-Zink-Phasen in Abhängigkeit von Temperatur und Massenanteil des Zinks dargestellt (Bild 3).

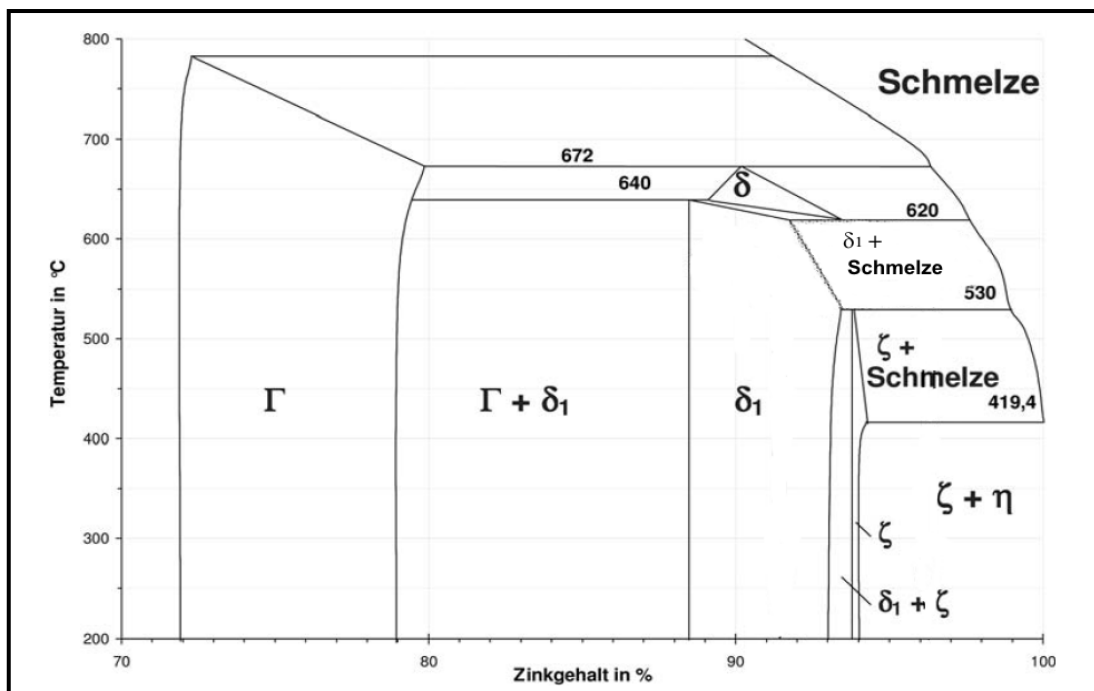


Bild 3: Zinkreiche Seite des Eisen-Zink-Phasendiagramms. In der Praxis werden die Zustandsfelder oberhalb von 800 °C vernachlässigt [29].

Im Temperaturbereich zwischen 430 °C und 490 °C (NT-Verzinken) sind verschiedene intermetallische Eisen-Zink-Phasen stabil (Bild 3), sodass der Überzug aus verschiedenen Phasen besteht (Bild 4).

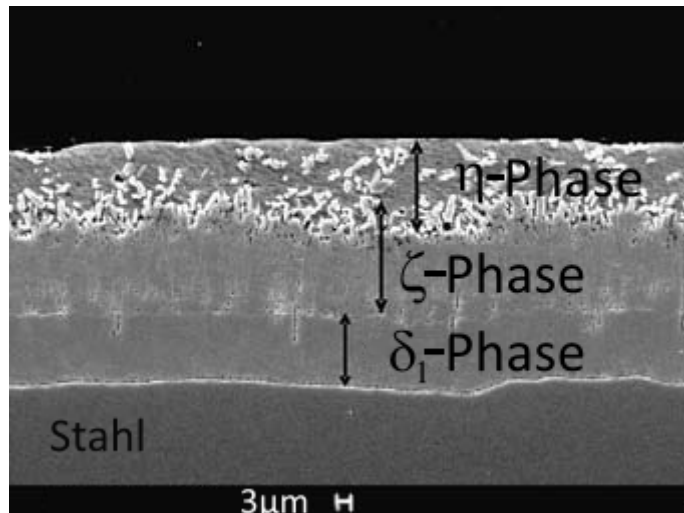


Bild 4: Mikrostruktur einer durch NT-Verzinken aufgetragenen Zinkschicht auf einem Stahlteil. Die Zinkbeschichtung haftet fest auf der Oberfläche des Stahlteils [5].

Direkt beim Eintauchen des Bauteils in die Zinkschmelze reagiert das Zink mit dem Eisen. Zunächst wird auf der Stahloberfläche die  $\zeta$ -Phase (Zeta-Phase) gebildet. Wegen der Diffusion von Eisen in die zinkreiche  $\zeta$ -Phase nimmt der Eisengehalt in diesem Bereich zu und die  $\delta_1$ -Phase (Delta-Eins-Phase) wird gebildet. Diese beiden Phasen entstehen innerhalb weniger Sekunden nach dem Eintauchen. Nach etwa 30 Sekunden wird wegen der Diffusion von Eisen in die  $\delta_1$ -Phase an der Grenzfläche zwischen Stahl und  $\delta_1$ -Phase eine andere thermisch stabile Phase, die  $\Gamma$ -Phase (Gamma-Phase), gebildet. Diese Legierungsschicht ist sehr dünn ( $\approx 10$  nm) und kaum nachweisbar. Die weitere Entwicklung des Überzugs erfolgt nur in der  $\zeta$ -Phase (Zeta-Phase), welche in direkter Verbindung zum flüssigen Zink steht. Der Überzug wird durch die  $\eta$ -Phase (Eta-Phase) abgeschlossen, die in ihrer Zusammensetzung mit der Zinkschmelze identisch ist. In diesem Bereich findet keine Eisen-Zink-Diffusion statt. Die intermetallischen Phasen im Bereich der Normaltemperaturverzinkung sind in Tabelle 1 (bzgl. Zusammensetzung und Härte) zusammengefasst [31, 32].

Tabelle 1: Intermetallische Phasen, gebildet im Zinküberzug bei der NT-Verzinkung eines siliziumarmen Stahles (430 °C bis 490 °C) [33].

Phase	Zusammensetzung	Eisen Masseanteil in %	Härte HV 0,05
$\alpha$ -Fe	$\alpha$ -Fe	94	110
$\Gamma$ (Gamma)	$\text{FeZn}_3$ , $\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$ , $\text{Fe}_5\text{Zn}_{21}$	21-28	140
$\delta_1$ (Delta eins)	$\text{FeZn}_7$ , $\text{FeZn}_{10}$	7-12	160
$\zeta$ (Zeta)	$\text{FeZn}_{13}$	6,0-6,2	100
$\eta$ (Eta)	Zn	0,08	50

Die Schichtbildung im Temperaturbereich von 490 °C bis 530 °C (linearer Schichtwachstumsbereich) ist für die Feuerverzinkung von Bauteilen irrelevant, weil die gebildete  $\delta_1$  Phase nicht kompakt aufwächst (Bablik-Effekt Bild 5).

Die Feuerverzinkung im Temperaturbereich zwischen 530 °C und 620 °C wird Hochtemperaturverzinkung (HT-Verzinken) genannt. In diesem Temperaturbereich ist nur die  $\delta_1$ -Phase thermo-



dynamisch stabil. Der Überzug auf der Stahloberfläche besteht deshalb lediglich aus einer dünnen, kompakten Schicht. Das Schichtwachstum findet bei der HT-Verzinkung sehr langsam statt und kommt nach fünf Minuten fast zum Erliegen [5].

Die Schichtbildung hängt neben der Temperatur der Zinkschmelze vor allem von der Tauchdauer und dem Siliziumgehalt des Stahles [34] ab. Insgesamt werden vier Bereiche des Silizium-Gehalts unterschieden, die das Schichtwachstum unterschiedlich beeinflussen (Bild 5).

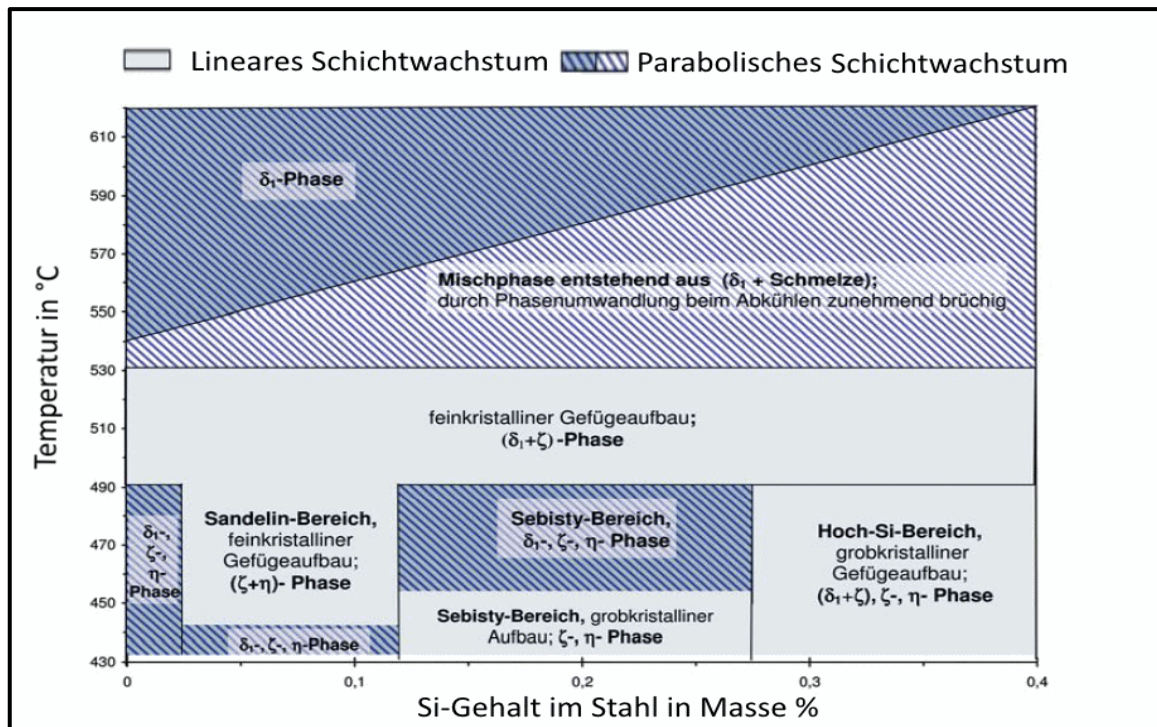


Bild 5: Gefügeausbildung beim Feuerverzinken (Stückgut). In den schraffierten Bereichen wächst der Zinküberzug kompakt. Im grau eingefärbten Bereich ist der gebildete Überzug brüchig. Der Bereich des HT-Verzinkens (ab 530 °C im Bild) ist hell schraffiert [5]. Die nicht schraffierten Bereiche (lineare Bereiche) sind für das Feuerverzinken irrelevant.

Bei der HT-Verzinkung ist die Zinkschicht insgesamt dünner und gleichmäßiger ausgebildet als bei der NT-Verzinkung, was speziell für die Erfüllung der hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit bei HV-Schraubengarnituren von Vorteil ist [27]. Darüber hinaus ist das Schichtwachstum im Vergleich zur NT-Verzinkung weitgehend unabhängig von der Zusammensetzung des Grundmaterials [5]. Zur Beschichtung von Schrauben ist das HT-Verzinken daher eher geeignet als das NT-Verzinken. Untersuchungen [7-10] haben weiterhin gezeigt, dass HT-verzinkte Schrauben sowohl hinsichtlich des Korrosionsschutzes als auch hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften bei zügiger oder schwingender Beanspruchung NT-verzinkten HV-Schrauben gleichwertig und teilweise überlegen sind. So zeigen im HT-Bereich zwischen 530 °C und 570 °C verzinkte Proben im Mittel eine rund 15% geringere Korrosionsrate als NT-verzinkte Proben [35]. Das verbesserte Korrosionsverhalten soll im Zusammenhang mit der bevorzugten Bildung der  $\delta_1$ -Phase stehen [36]. Aufgrund der höheren Härte der Eisen-Zink-Legierungsschichten sind HT-Verzinkungen auch abriebbeständiger als NT-Verzinkungen. Darüber hinaus bedeutet eine für den Korrosionsschutz optimierte Zinküberzugsdicke, sowohl Ressourcenschonung als auch wirtschaftliche Vorteile im weltweiten Wettbewerb.

---

### 2.1.3 Feuerverzinken von Verbindungselementen

---

Gemäß DIN EN ISO 898-1 [37] ist die Feuerverzinkung von Schrauben bis einschließlich der Festigkeitsklasse 10.9 zulässig. In Verbindung mit einer Feuerverzinkung werden die Schrauben bzw. die Schraubengarnituren am effektivsten vor Korrosion geschützt, so dass über Jahrzehnte praktisch keine Instandhaltungsmaßnahmen erforderlich sind [10].

Für feuerverzinkte Schrauben bzw. Schraubengarnituren existieren weitere Normen und Richtlinien (GAV-DSV-Richtlinie zur Herstellung feuerverzinkter Schrauben [12], DIN EN 14399 [38], DIN EN ISO 10684 [28]). Schraubengarnituren unterliegen insbesondere bei der Montage hohen mechanischen Beanspruchungen, die besondere Anforderungen an die als Korrosionsschutz applizierten Zinküberzüge stellen [39]. Neben der Forderung nach guter Schichthaftung sind gleichmäßiger Schichtaufbau und Schichthärte von Bedeutung, um Setzeffekten und Abrieb bei der Montage entgegenzuwirken [3]. Diese Eigenschaften werden durch die HT-Verzinkung deutlich besser erfüllt, als durch im NT-Verfahren verzinkte Bauteile.

Nach der DSV-GAV Richtlinie zur Herstellung feuerverzinkter Schrauben ist heute das HT-Verzinken von Schrauben, die größer als M24 sind, aufgrund einer möglichen flüssigmetallinduzierten Rissbildung nicht zulässig [12]. Größere Abmessungen müssen dagegen Normaltemperaturverzinkt werden.

Grundlage der Richtlinie bilden Untersuchungen von [11] und [40] zu Sprödbrüchen bei Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9, die Ende der 1980er bis Anfang der 1990er Jahre durchgeführt wurden. Dabei zeigte sich, dass bei üblicher Tauchdauer die mechanischen Eigenschaften HT-verzinkter Schrauben (Verzinkungstemperatur 540 °C) der Festigkeitsklasse 10.9, aus Cr-legierten Vergütungsstählen verschiedener Abmessungen (M12, M16, M30), im gleichen Streuband liegen wie schwarze und NT-verzinkte Schrauben. Sogar eine deutliche Überschreitung der technologisch üblichen Tauchdauern führt nur zu einer sehr schwachen Abnahme der Streckgrenze und der Zugfestigkeit/Härte von Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9. Bei Schrauben der Festigkeitsklasse 12.9 wurde dagegen für die HT-Verzinkung (Verzinkungstemperatur 540 °C) eine deutliche Abnahme dieser Kenngrößen beobachtet. Gemäß DIN EN ISO 898-1 [37] ist die Feuerverzinkung von Schrauben der Festigkeitsklasse 12.9 allerdings nicht zulässig.

---

## 2.2 Flüssigmetallinduzierte Rissbildung (LMAC)

---

Flüssigmetallinduzierte Rissbildung ist ein Phänomen welches auftritt, wenn zwei bestimmte Metalle in zwei verschiedenen Aggregatzuständen (ein Metall in festem Zustand und eines im flüssigen Zustand) in Kontakt miteinander kommen [14, 41]. Dabei kommt es zur Ausbildung eines spröden und zumeist interkristallinen Risses, der mit dem flüssigen Metall verfüllt ist. Dieser Mechanismus ist als flüssigmetallinduzierte Rissbildung (LMAC - Liquid Metal Assisted Cracking bzw. LMIC - Liquid Metal Induced Cracking) [42, 43] und, insbesondere in den USA, als Flüssigmetall-Versprödung (LME - Liquid Metal Embrittlement) bekannt [44, 45]. Im Rahmen dieser Studie wird der Begriff LMAC zur Beschreibung des Phänomens verwendet. LMAC wurde bei verschiedenen Kombinationen fester und flüssiger Metalle beobachtet (z.B. Zink-Cadmium oder Aluminium-Quecksilber) [46]. Die technisch bedeutendste Kombination, die zu LMAC führen kann, ist die Kombination von Eisen in festem Zustand und Zink im flüssigen Zustand, wie sie auch beim Feuerverzinken vorliegt.



---

### 2.2.1 Einleitung

---

LMAC ist ein sehr komplexes Phänomen. Um Ursachen und Einflussfaktoren zu ermitteln, wurden verschiedene Untersuchungen durchgeführt [16, 47-49]. Hieraus folgt, dass LMAC beim Feuerverzinken erst dann eintritt, wenn es zu einer kritischen Überlagerung der Einflussgrößen Werkstoffzustand, Beanspruchung und Zinkschmelze kommt (Bild 6).

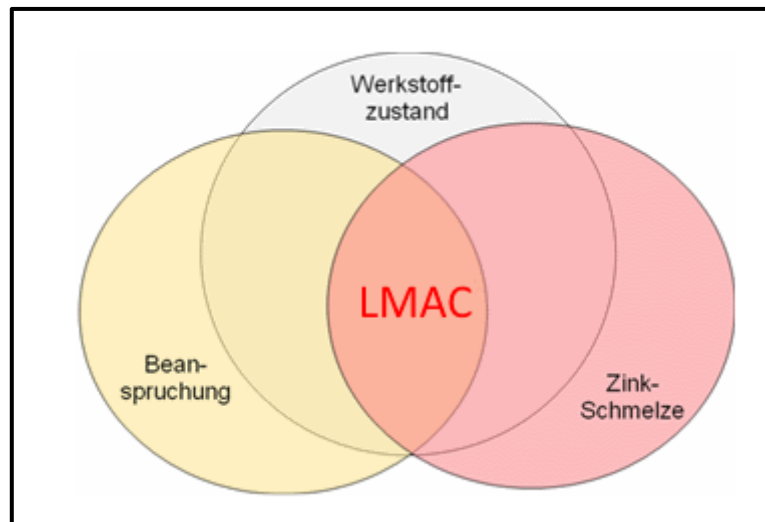


Bild 6: Die wichtigsten Einflussgrößen für die Entstehung von LMAC-Rissen beim Feuerverzinken [47].

Am Ende der 1980er Jahre und am Anfang der 1990er Jahre wurde von LMAC-Rissen bei feuerverzinkten HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 berichtet [8, 9, 13, 40]. Umfassende Forschungsaktivitäten zur Identifikation der Ursachen für die Schädigungen belegten, dass durch HT-Verzinkung hochfester Schrauben mit zunehmender Abmessung das Risiko für eine LMAC zunimmt [11, 40].

Auch die Legierungszusammensetzung der Zinkschmelze hat einen Einfluss auf die Bildung von LMAC-Rissen [49]. Die Zinkschmelze wird aus verschiedenen Gründen mit anderen Metallen legiert: Zinn, Magnesium und Aluminium führen dazu, dass die Stähle, unabhängig von ihrem Siliziumgehalt, dünn und gleichmäßig beschichtet werden. Blei schützt einerseits den Kesselboden des Zinkbades vor direktem Angriff der Zinkschmelze und senkt andererseits die Oberflächenspannung der Zinkschmelze, sodass glatte Zinküberzüge entstehen.

Im Zusammenhang mit neuen Zinkschmelzen, die neben 1% Blei auch etwa 1% Zinn aufwiesen, kam es ab dem Jahr 2000 zu einer deutlich erhöhten Anzahl von Fehlverzinkungen und in Folge der Feuerverzinkung, zu entstandenen Rissen. Diese führten teilweise zu personengefährdenden Schadensfällen [16, 50, 51]. Seitens der Zusammensetzung der Zinkschmelze wurde insbesondere bei einem höheren Zinngehalt eine steigende Anzahl von (interkristallinen) Rissen festgestellt [47]. Die Elemente Aluminium und Wismut verursachen dagegen in den typischen Mengen ( $Al < 0,03\%$  und  $Bi < 0,1\%$ ) bei der Feuerverzinkung keine LMAC-Risse. Die Elemente Blei und Zinn erhöhen dagegen die Gefahr für LMAC, indem diese zwei Elemente sowohl einzeln als auch in Kombination die kritische Zugspannungsgrenze, ab der es zur LMAC kommt, absenken. Grundsätzlich sollten die Legierungselemente in der Schmelze sowie die Eigenspannungen im Bauteil so gering wie möglich sein [5], um LMAC zu vermeiden. Allerdings werden auch LMAC-Risse in Proben aus normalem Baustahl (S355 - nicht vergütet) in reinem Zink erzeugt, sobald

eine ausreichend hohe Zugspannung aufgebracht wird [47].

Mit der Einführung der DAST-Richtlinie 022 [52, 53] ist unter Berücksichtigung der VDI 3822 [54] ein für alle Beteiligten verfahrenssicheres und rissfreies Verzinken weitestgehend gewährleistet. Die Zinkschmelze wird hier in Abhängigkeit der Anteile der Legierungselemente in drei Zinkbadklassen eingeteilt. Unter Berücksichtigung der Zinkbadklassen wird die Beanspruchung des Bauteils während des Verzinkens der Beanspruchbarkeit mathematisch gegenübergestellt und in Form einer Grenzbedingung rechnerisch formuliert. Die DAST-Richtlinie 022 [52] gilt nur für bestimmte Stahlsorten (S275, S355, S420, S450 und S460) und erfasst nicht die vergüteten Stähle. Bei der Herstellung der hochfesten Schrauben kommen Stähle mit deutlich höherer Zugfestigkeit und Streckgrenze als S460 zum Einsatz, daher kann diese Richtlinie nicht für hochfeste Schrauben verwendet werden. Es ist allerdings anzumerken, dass durch die Begrenzung der Gehalte an Blei und Zinn, zwar die Gefahr der Rissbildung auf ein Minimum reduziert wird, die atomare Ursache jedoch nicht behoben wird.

Die Legierungselemente ändern nicht nur die Oberflächenspannung der Zinkschmelze, sondern auch insbesondere den Wärmeübergangskoeffizienten (Tabelle 2). Dieser spielt für die Feuerverzinkung eine signifikante Rolle. Hochlegierte Zinkschmelzen (Zinkbadklasse 3 und Zinkbadklasse 2) haben einen größeren Wärmeübergangskoeffizienten als niedriglegierte Zinkschmelzen (Zinkbadklasse 1).

Tabelle 2: Effektive Wärmeübergangskoeffizienten  $h_{eff}$  der verschiedenen Zinkbadklassen nach DAST-Richtlinie 022 [52].

Zinkbadklasse	Effektiver Wärmeübergangskoeffizient $h_{eff}$ in W/m <sup>2</sup> K
1	3000
2	6000
3	15000

Der Wärmeübergangskoeffizient hat einen direkten Einfluss auf die Beanspruchungen, die beim Eintauchen des Bauteils in die Zinkschmelze induziert werden. Je geringer der Wärmeübergangskoeffizient, desto langsamer erfolgt der Wärmeeintrag aus der Zinkschmelze in das Bauteil. Ist der Wärmeeintrag bei großem Wärmeübergangskoeffizienten dagegen sehr hoch, bildet sich ein größerer Temperaturgradient zwischen Rand- und Kernbereich des Bauteils aus. Die Temperaturgradienten beeinflussen die Höhe der thermisch induzierten Spannungen im Bauteil. Der Einfluss der Spannungen im Bauteil wird in Kapitel 2.2.3 noch ausführlicher behandelt.

---

## 2.2.2 Mechanismus der LMAC

---

Das Versagen durch LMAC ist noch nicht vollständig geklärt [55]. Aufgrund der komplexen Mechanismen kann das Auftreten von LMAC heute nicht genau vorhergesagt werden [56]. Die wichtigsten Modelle [57], die die Mechanismen der LMAC beschreiben, werden nachfolgend kurz beschrieben:

- Dekohäsions-Modell
- Korngrenzendiffusion

Das Dekohäsions-Modell wurde durch Stoloff und Johnston entwickelt und basiert auf einem bruchmechanischen Ansatz [58]. Dieses Modell geht davon aus, dass flüssiges Metall die interatomare Bindung des Festkörpermetalls angreift und schwächt. Dadurch wird die Oberflächenenergie, die zur Bildung eines Risses notwendig ist, erheblich reduziert (Bild 7).

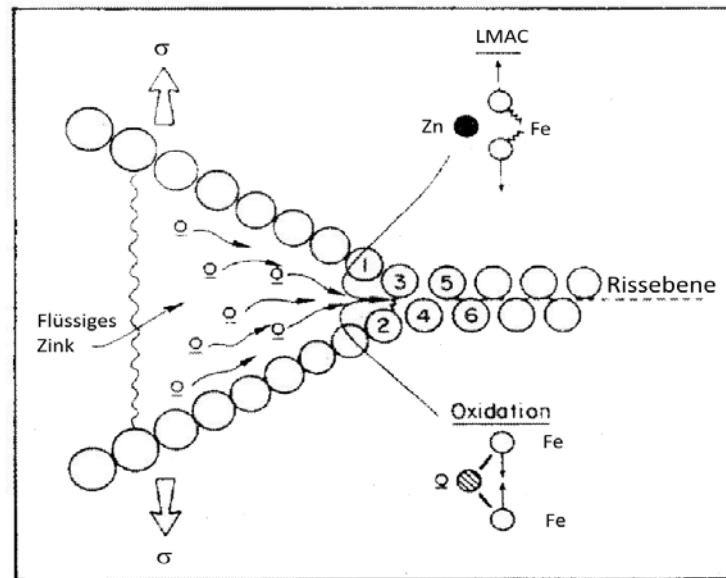


Bild 7: Schematische Darstellung des Dekohäsions-Modells [59]. Das flüssige Zink schwächt die metallischen Bindungen im Eisen, ähnlich wie bei der Oxidation von Eisen. Daher wird LMAC auch flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion genannt.

Es wird angenommen, dass die Oberflächenenergie durch das flüssige Metall lokal verringert wird [60]. In Verbindung mit einer Zugspannung erfolgt ein Aufbrechen des Grundmaterials auf atomarer Ebene. Das nachfließende Flüssigmetall ist somit in der Lage, die nächste Atomlage aufzubrechen, wodurch sich ein wiederkehrender Prozess einstellt. Das Grundmaterial wird durch das flüssige Metall fortlaufend geschädigt, wobei die durch den Riss bedingte Kerbwirkung zusätzlich rissbegünstigend wirkt. Die Angriffstiefe des flüssigen Metalls innerhalb des festen Metalls, wodurch die interatomaren Bindungen geschwächt werden, ist nur wenige Atome tief [57]. Die Schwäche des Dekohäsions-Modells liegt in der fehlenden Beschreibung der Wechselwirkung zwischen den flüssigen und festen Metallatomen, obwohl diese für den Schädigungsmechanismus maßgeblich sind [57].

Die in der Fachwelt derzeit anerkannteste Theorie zur Beschreibung des Versagensmechanismus bei der LMAC basiert auf dem Modell der Korngrenzendiffusion. Diese Theorie wurde von Krishtal vorgeschlagen und beschreibt die Diffusion des flüssigen Metalls entlang der Korngrenzen des Metalls im festen Zustand. Dadurch wird das Metall im festen Zustand spröde. Das Diffusionsmodell wird durch die Beobachtung aus der Praxis bestätigt, dass in der Flüssig-Festmetall-Kombination Zink-Eisen nur die interkristallin verlaufenden Risse mit Zink verfüllt sind (Bild 8) [61].

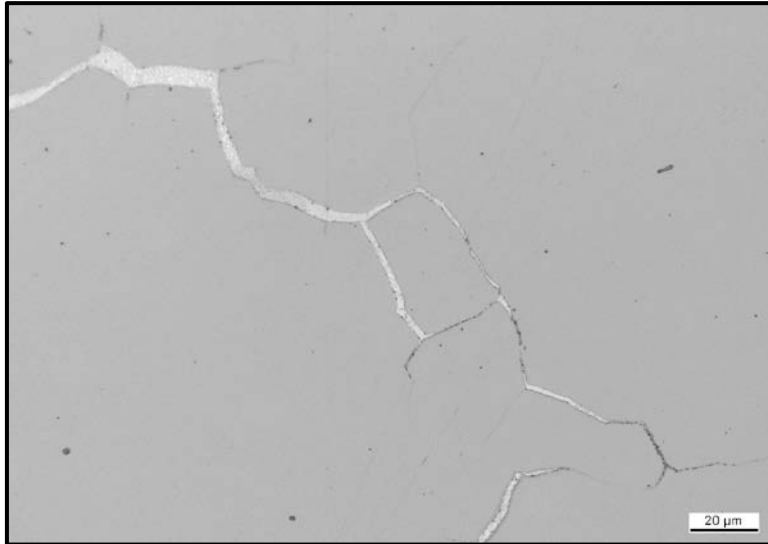


Bild 8: Mit Zink (hell) verfüllter LMAC-Riss in Eisen. Grundmaterial entnommen aus einer gewindeähnliche Probe. Der Rissverlauf ist interkristallin.

Gemäß der Korngrenzendiffusions-Theorie diffundiert flüssiges Metall bis zu einer kritischen Tiefe in das feste Metall ein. Demnach bilden sich an den Korngrenzen unter Beteiligung oberflächenaktiver Elemente - z.B. aus einer (legierten) Zinkschmelze - niedrigschmelzende Phasen, bestehend aus Elementen der Zinkschmelze und aus dem zu verzinkenden Grundmaterial [62]. Die Oberflächenenergie entlang der Korngrenzen wird reduziert und bewirkt eine Herabsetzung der Festigkeit des Grundmaterials, sodass es letztendlich zu interkristallinen Trennungen kommt (Rehbinder Effekt). Nach Bild 9 hängt die Rissentstehung von der zur Verfügung stehenden Menge der flüssigen (oberflächenaktiven) Substanzen ab sowie von deren Verteilung und der Erstarrungstemperatur auf der Kornoberfläche. Rissbegünstigend wirken sich dabei speziell die Substanzen aus, die sich als dünner, benetzender Film über die (innere) Oberfläche der Kristalle ausbreiten (Bild 9a). Im Vergleich dazu können viskosere Flüssigkeiten mit einem geringeren Benetzungsgrad und höheren Erstarrungstemperaturen bereits vorhandene Werkstofftrennungen ausfüllen (Bild 9 Mitte), ohne dabei ein weiteres Risswachstum zu verursachen (Bild 9b). Eine Benetzung der Kristalle findet hier nicht statt.

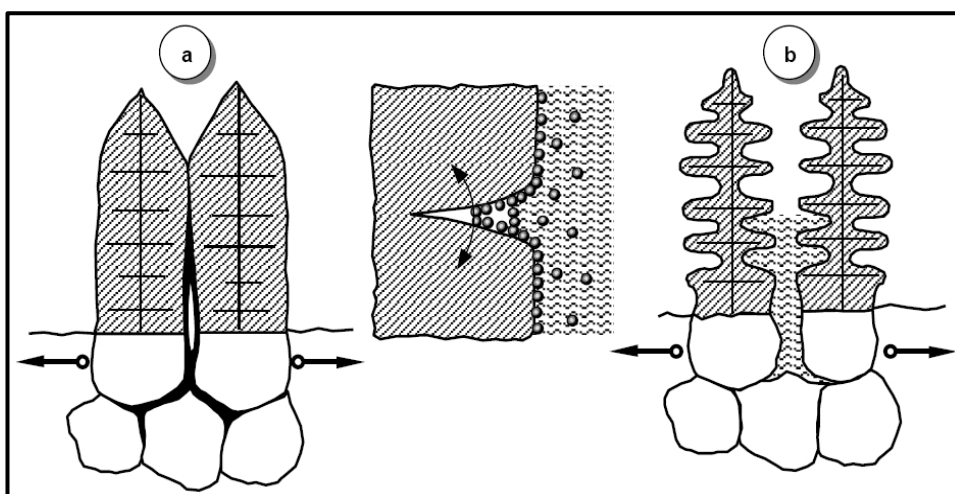


Bild 9: Zur Rissentstehung durch oberflächenaktive Elemente [62].

Aufgrund der Korngrenzendiffusion des Zinks breiten sich die LMAC-Risse immer entlang der Korngrenzen aus. Daher sind auf der LMAC-Bruchfläche die Körner des Metalls deutlich zu erkennen (Bild 10). Es handelt sich um einen interkristallinen Bruch.



Bild 10: Aufnahmen der Bruchflächen mittels REM. Die Merkmale eines interkristallinen Spaltbruchs sind deutlich zu erkennen.

Der in Bild 10 dargestellte LMAC Bruch ist durch Kontakt zwischen Eisen und flüssigem Zink entstanden.

Das auffälligste Merkmal der LMAC-Risse ist ihre schnelle Ausbreitungsgeschwindigkeit. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeiten können Werte zwischen einem Zentimeter und mehreren Metern pro Sekunde annehmen und hängen vom System Flüssigmetall-Festmetall ab. So wurde beispielsweise in Untersuchungen beobachtet, dass durch Quecksilber erzeugte LMAC-Risse in Aluminium mit Geschwindigkeiten von ungefähr 0,1 m/s fortschreiten [63]. Der Diffusionskoeffizient von Quecksilber in Aluminium ist gering. Somit ist die Diffusionsgeschwindigkeit von Quecksilber in Aluminium viel kleiner ( $\approx 2 \times 10^{-12}$  m/s) als die Ausbreitungsgeschwindigkeit der LMAC-Risse. Folglich ist das reine Diffusionsmodell nicht in der Lage, den sehr schnellen Rissfortschritt im festen Metall zu erklären. Daher wurde von Glickmann, aufbauend auf den oben erwähnten Theorien, das Auflösungs-Diffusions-Modell entwickelt [48]. Dieses Modell geht davon aus, dass die Atome an der Rissspitze des festen Metalls im flüssigen Metall aufgelöst werden und aufgrund einer Zugbeanspruchung an den gedehnten Korngrenzen in den Werkstoff eindringen. Die Auflösung der festen Metallatome wird durch Adsorption des flüssigen Metalls entlang der Korngrenzen begünstigt [64]. Die Duktilität des Materials wird dabei lokal reduziert. Gleitvorgänge im Metallgitter werden erschwert. Die Überschreitung einer kritischen Konzentration von Flüssigmetall in einem gewissen Tiefenbereich löst schließlich den interkristallinen Anriss im Bauteil aus. Ausgangspunkt ist dabei die Spitze eines Versetzungsstaus, der sich unter anderem an Hindernissen, wie z.B. an Korngrenzen, bildet. Korngrenzen sind für Versetzungen nicht durchdringbar, weswegen hier die Spannungen, bezogen auf die durch die adsorbierten Atome der Zinkschmelze reduzierte Duktilität des Materials, überkritisch werden können (Bild 11) [65].



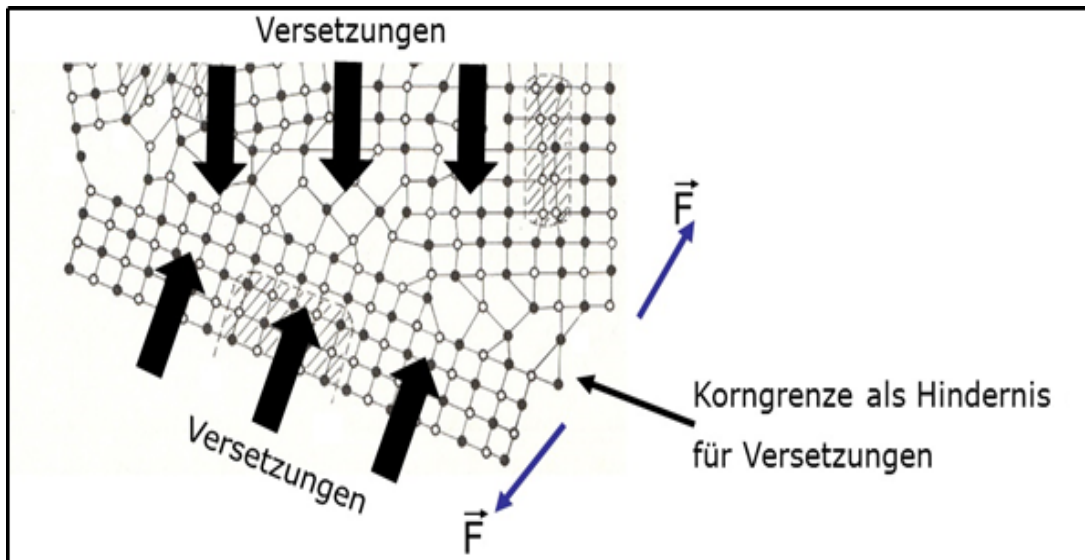


Bild 11: Zum Versetzungsstau an einer Korngrenze [65]

Ein besonderes Merkmal des Phänomens LMAC ist die signifikante Reduzierung der Bruchdehnung. Dies beobachtet man beim Vergleich von Zugversuchen, die in flüssigem Metall und in einer Salzschnelze durchgeführt werden (Bild 12) [48]. Durch die Salzschnelze kann die gleiche Temperatur dargestellt werden, jedoch beeinflusst das Salz die mechanischen Eigenschaften der metallischen Probe nicht.

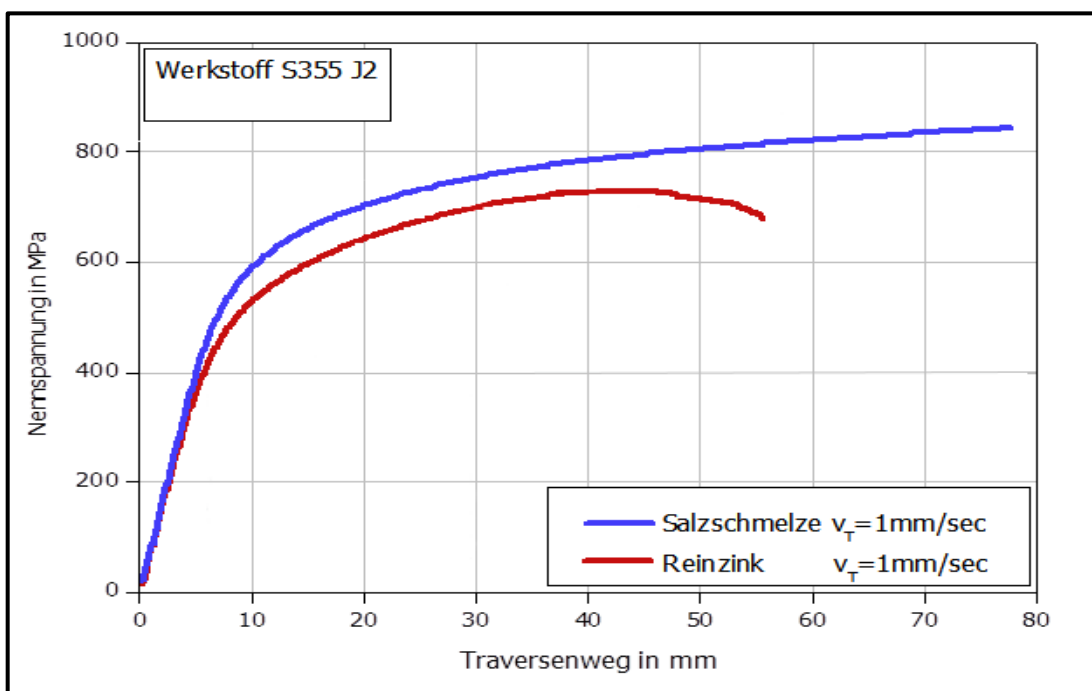


Bild 12: Spannungs-Aufweitung-Diagramm, aufgenommen an Proben. Identische Proben wurden in einer Salzschnelze und in einer Zinkschnelze belastet [47].

Die Spannungs-Aufweitung-Kurven können, aufgrund der identischen Probenform, direkt miteinander verglichen werden. Es bedarf keiner Überführung in die normierten Spannungs-Dehnungs-Diagramme. Beim Vergleich der Kurven ist zu beobachten, dass der elastische Bereich fast unverändert bleibt [58] und somit unabhängig von der Anwesenheit eines flüssigen Metalls

ist. Erst im plastischen Bereich zeigen sich unterschiedliche Verläufe (Bild 12). Beim Feuerverzinken der Proben wurden ähnliche Ergebnisse festgestellt. Die Proben verloren ihre Duktilität in der Zinkschmelze und brachen bei deutlich kleineren Dehnungen [48, 66] als in einer Salzsäure gleicher Temperatur.

LMAC tritt in der Regel nur innerhalb eines Temperaturbereichs (Versprödungsbereich) auf. Dieser Temperaturbereich beginnt in der Nähe des Schmelzpunktes des Metalls mit dem niedrigeren Schmelzpunkt ( $T_V$ ). Der Endpunkt des Versprödungsbereiches ( $T_E$ ) hängt von der Kombination der beiden Metalle ab und kann bislang nur empirisch bestimmt werden. Das Metall im festen Zustand zeigt nur in diesem Temperaturbereich sprödes Verhalten. LMAC findet bei Temperaturen oberhalb des Versprödungsbereichs nicht mehr statt. Bei Temperaturen unterhalb des Versprödungsbereichs sind beide Metalle in festem Zustand. Daher kann es nicht zu LMAC kommen. Dieser begrenzte Temperaturbereich verminderter Duktilität wird in der Literatur als Duktilitätstopf bezeichnet [64, 67] (Bild 13).

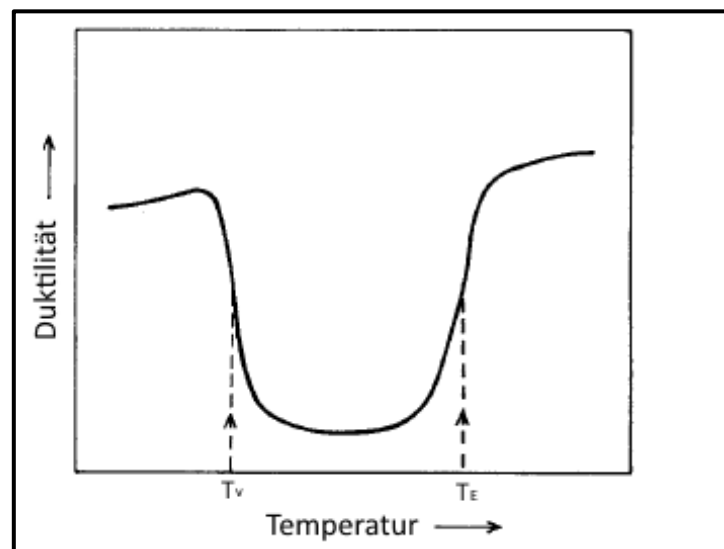


Bild 13: Schematische Darstellung des Temperatureinflusses auf LMAC (Duktilitätstopf) [68].  $T_V$  markiert den Versprödungsbeginn und  $T_E$  die Erholungstemperatur.

Hinweise auf die Existenz eines solchen Duktilitätstopfs finden sich auch für das System Eisen-Zink. Bei den durchgeführten Untersuchungen an feuerverzinkten HV-Schrauben mit Abmessung M20 und der Festigkeitsklasse 10.9 wurden LMAC-Risse nur im Temperaturbereich zwischen 450 °C und 650 °C beobachtet [69] (Bild 14).

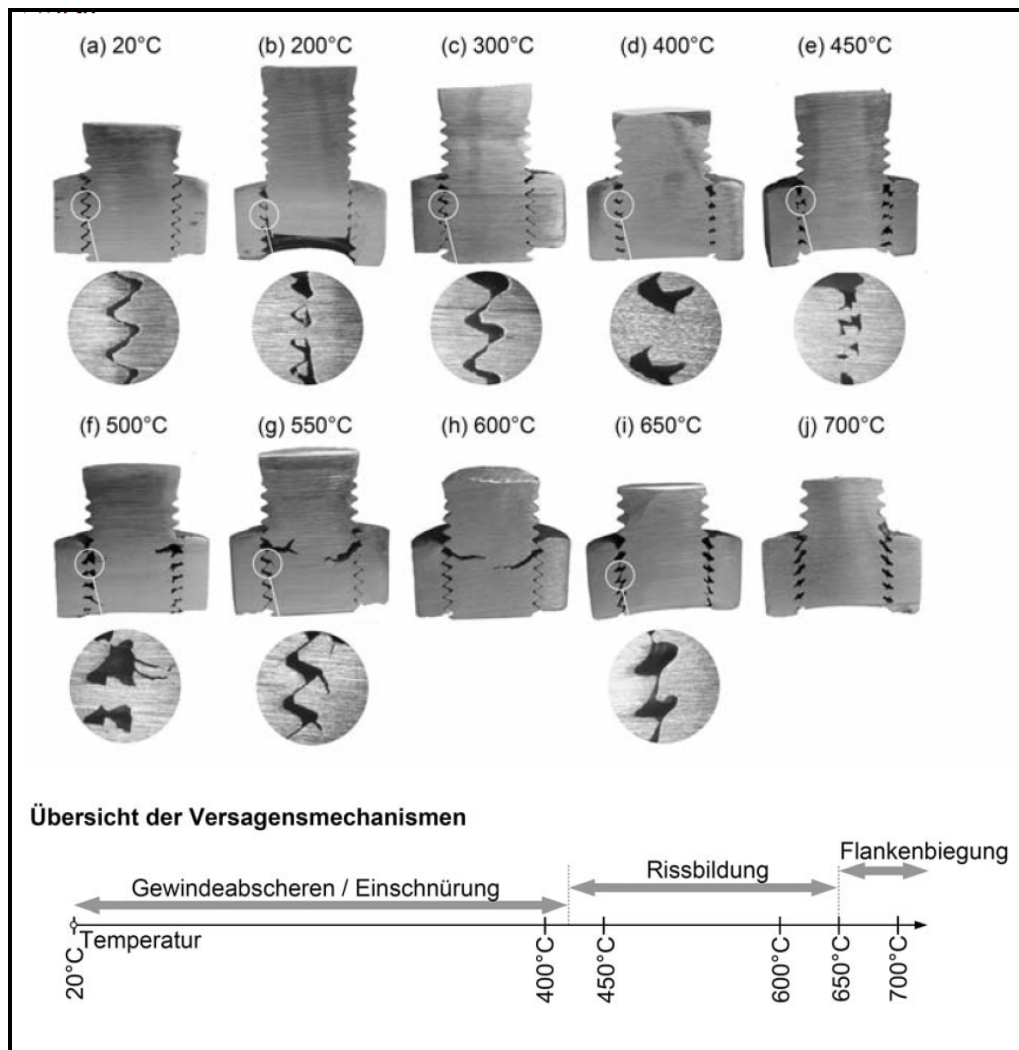


Bild 14: Versagensmechanismen feuerverzinkter Schrauben bei verschiedenen Temperaturen [69].

### 2.2.3 Einflussfaktor Spannung

Eine Rissbildung unter Einwirkung einer Zinkschmelze ohne mechanische Beanspruchung hat im Rahmen der technischen Feuerverzinkungsprozesse keine Bedeutung. Die LMAC findet erst ab Überschreitung einer kritischen Grenzspannung statt. Diese kritische Grenzspannung ist temperaturabhängig (Bild 15). Nach der Überschreitung der Versprödungsbeginn-Temperatur ( $T_V$  im Bild 13) wird durch Temperaturerhöhung zuerst die Auslösung von LMAC-Rissen begünstigt. Daher wird die Zeitspanne bis zur LMAC-Rissinitiierung durch eine Temperaturerhöhung verkürzt (Bild 15).



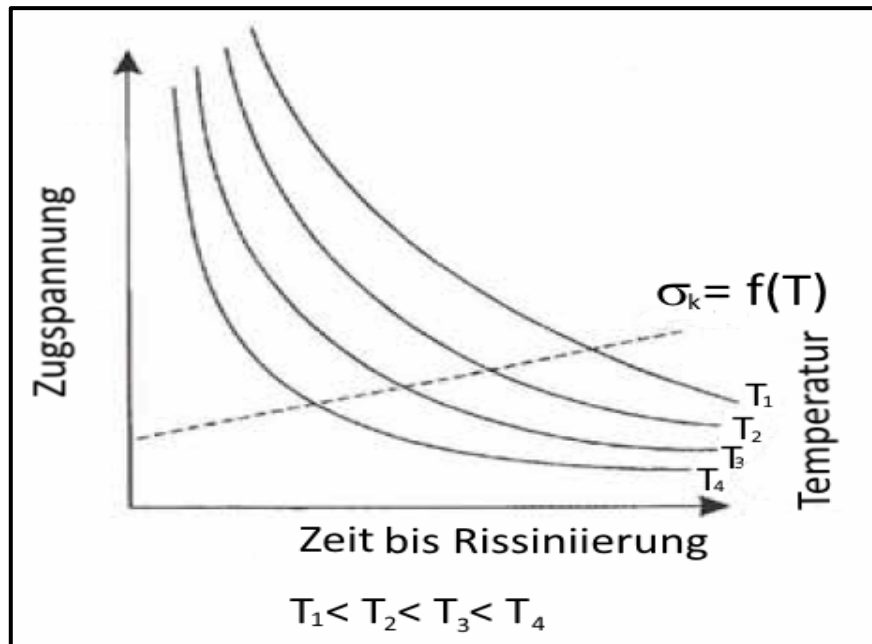


Bild 15: Zugspannungsgrenzen bei verschiedenen Temperaturen [13, 65].  $T_1$  bis  $T_4$  liegen im kritischen Temperaturintervall (Bild 13).  $\sigma_k$  ist die temperaturabhängige kritische Grenzspannung, unterhalb der keine LMAC stattfindet.

Die beim Feuerverzinken der Schrauben auftretenden LMAC-Schäden bilden sich meistens während der instationären Phase der Erwärmung aus. Wegen des hohen Wärmeübergangskoeffizienten der Zinkschmelze wird beim Eintauchen der Schrauben die Oberfläche viel schneller aufgeheizt als der Kern. Es dauert einige Zeit, bis sich die Wärme durch Wärmeleitung relativ gleichmäßig bis zum Kern verteilt hat, obwohl Stahl ein guter Wärmeleiter ist (Bild 16). Deshalb entstehen beim Feuerverzinken große Temperaturgradienten in den Schrauben.

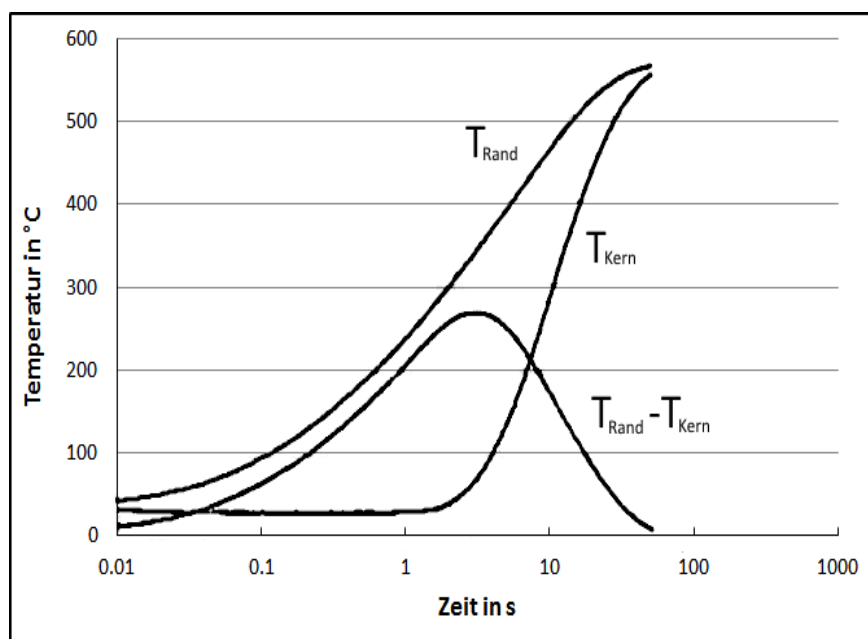


Bild 16: Temperatur-Zeit-Verlauf bei der HT-Verzinkung einer HV-Schraube M36 [13].

Hasselmann konnte zeigen, dass die Größe der Temperaturgradienten vom Durchmesser der Schrauben abhängig ist. In Schrauben mit größerem Durchmesser sind die induzierten Temperaturgradienten grösser als in Schrauben mit kleinerem Durchmesser [13].

Grundsätzlich verursachen die induzierten Temperaturgradienten unmittelbar nach dem Eintauchen in die Zinkschmelze zunächst Druckspannungen am Rand des Bauteils und aufgrund der Dehnungsbehinderungen Zugspannungen im Kern. Diese Spannungen nehmen zuerst sehr schnell zu. Mit zunehmender Durchwärmung des Bauteils gehen die Spannungen am Rand und im Kern eines glatten Stabs gegen Null zurück (Bild 17).

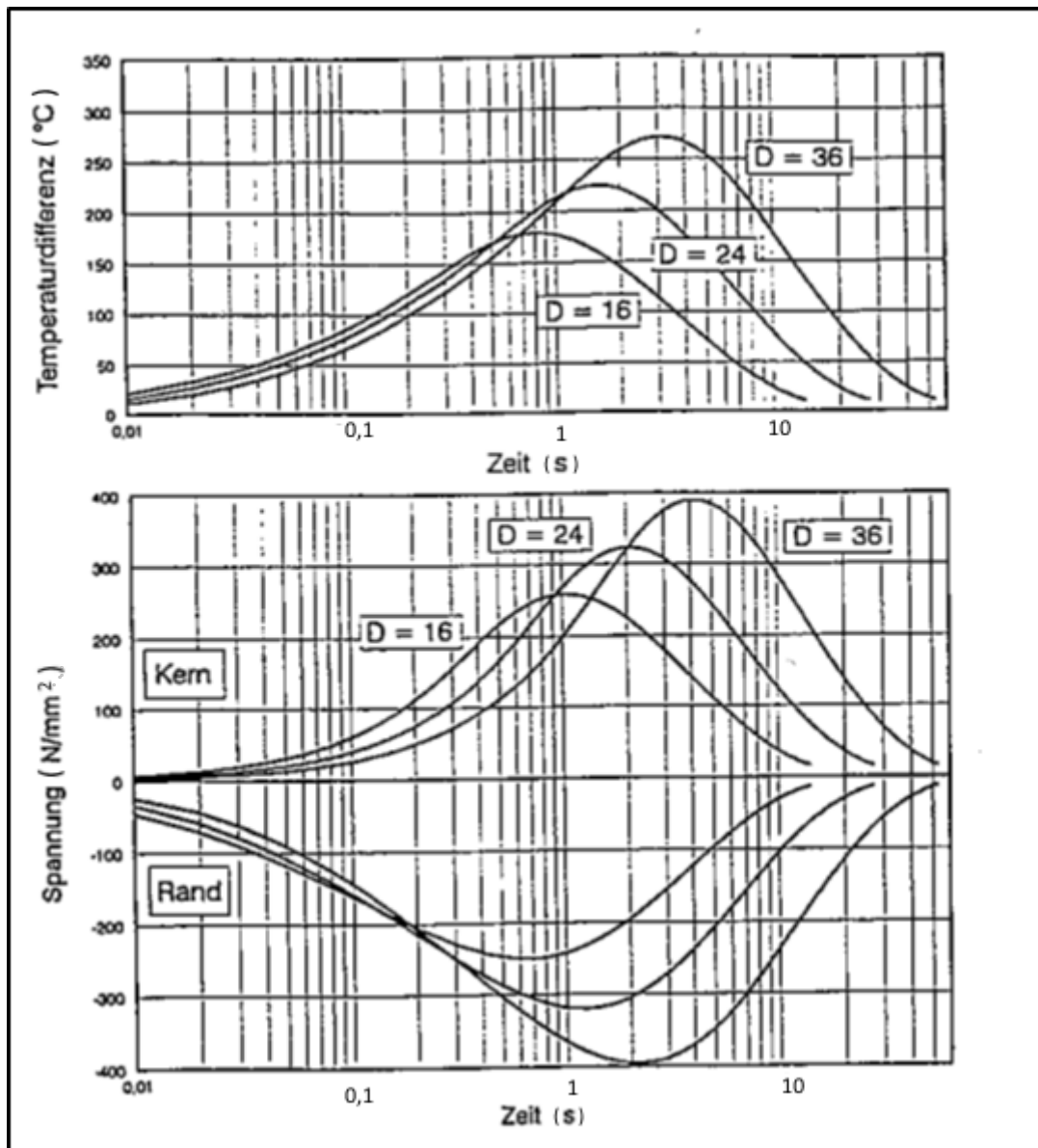


Bild 17: Temperaturdifferenz (oben) und Spannungswerte für zylindrische Proben mit drei verschiedenen Durchmessern. Die Werte gelten für nicht vorgewärmte Proben, die HT-feuerverzinkt wurden [13].

Mit Hilfe der FEM wurde nachgewiesen, dass durch eine Feuerverzinkung der Schrauben, große lokale Zugspannungen an den Kerbstellen induziert werden können [40]. Im Gewindegrund verursachen die Temperaturgradienten zuerst eine Druckbeanspruchung. Sie können aufgrund der Kerbwirkung sehr hoch ausfallen, sodass es zu überelastischer Verformung im Gewindegrund

kommt. Nach dem vollständigen Durchwärmen der Schraube wird sie thermisch ausgedehnt. Da der Gewindegrund zuvor plastisch verformt wurde, entstehen durch seine Ausdehnung nun hohe Zugspannungen (Bild 18).

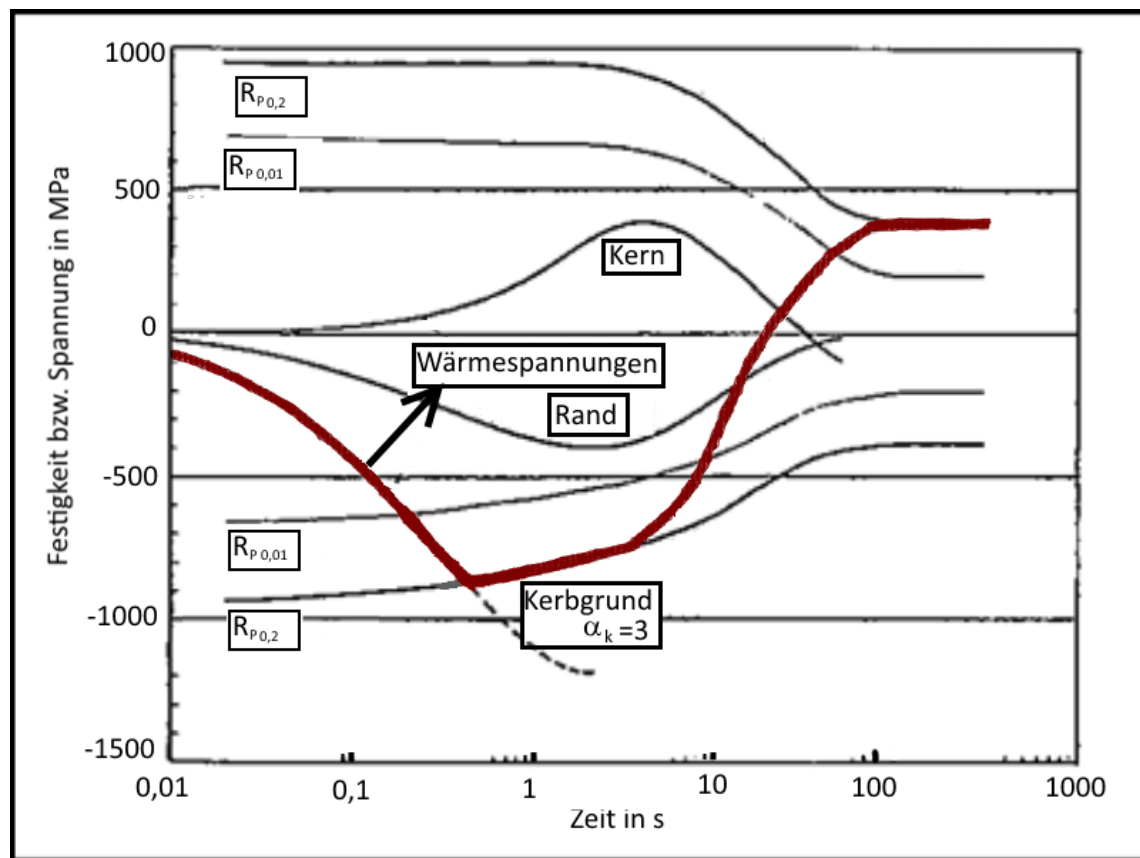


Bild 18: Entstehung von Randzugspannungen an kritischen Kerbstellen bei einer HV-Schraube [40].

Die Höhe der Zugspannungen ist vom Durchmesser der Schrauben abhängig. Bei großen Schrauben reichen die induzierten Zugspannungen aus, um LMAC-Risse zu verursachen. Die Risse treten nur an bestimmten Kerbstellen (Kopf-Schaft-Übergang und Gewindeauslauf) auf. Zur Entschärfung der Rissbildungsproblematik werden gemäß DIN EN 14399-4 [38] Schrauben für das Feuerverzinken mit vergrößertem Radius unter dem Kopf (Köpf-Schaft-Übergang) hergestellt. Dadurch wird die Kerbwirkung und somit die Spannungsüberhöhung verringert.

Zusätzlich zur Festigkeit und dem Durchmesser der Schraube, der Verzinkungstemperatur und der Zusammensetzung der Zinkschmelze, hängt die Neigung zur LMAC vom Werkstoff der Schraube ab. So wurden bei HT-feuerverzinkten Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 aus den Werkstoffen 42CrMo4 und 21CrMoV5 LMAC-Risse bereits bei der Abmessung M36 festgestellt [13]. Bei Tastversuchen am Werkstoff 30CrNiMo8 wurden LMAC-Risse erst bei der Abmessung M56 detektiert. Bei der Interpretation der Ergebnisse ist allerdings zu beachten, dass die in [13] untersuchten Schrauben mit einer Zinkschmelze feuerverzinkt wurden, die aufgrund ihres hohen Anteils an Legierungselementen nicht den heute gültigen Regelwerken für Zinkschmelzen entspricht.



---

## 3 Problemstellung und Zielsetzung

---

---

### 3.1 Problemstellung

---

Im HT-Verfahren aufgebraute Zinküberzüge besitzen gegenüber den mittels NT-Verzinkung aufgebrauten Überzügen eine wesentlich gleichmäßigere Schichtstruktur und Schichtdicke. Während sich bei der NT-Verzinkung unregelmäßige Überzüge mit Schichtdicken von bis zu  $150\text{ }\mu\text{m}$  bilden können, was mit Problemen bei der Gewindegängigkeit (Gewindefunktion) sowohl bei Schrauben und Muttern kleiner als auch großer Abmessungen verbunden ist, lassen sich bei einer HT-Verzinkung gleichmäßig ausgebildete Überzugsdicken von nur ca.  $60\text{ }\mu\text{m}$  realisieren. Damit kann das, bei großen Abmessungen in der Regel erforderliche, Nachwalzen der Gewinde entfallen.

Gemäß der DSV-GAV-Richtlinie zur Feuerverzinkung hochfester Schrauben ist die HT-Verzinkung allerdings nur bis zur Abmessung M24 zulässig. Größere Schraubenabmessungen müssen heute im NT-Verfahren feuerverzinkt werden. Die dieser Richtlinie zugrunde liegenden Regeln basieren auf Forschungen aus den 1970er bis 1990er Jahren. Die Untersuchungen zur Ermittlung der Grenzabmessung der Schrauben für HT-Verzinkung wurden damals mit einer Zinkschmelze, die mit 1,94% Blei und 0,14% Zinn legiert war, durchgeführt. Es wurden Werkstoffe untersucht, die heute zur Fertigung von Schrauben großer Abmessungen nicht mehr zum Einsatz kommen. Heutige Zinkschmelzen dürfen höchstens mit 2% Begleitelementen legiert werden [4]. Für heute üblicherweise bei der Fertigung von HV-Schrauben ( $\geq$  M27) verwendete Vergütungsstähle (wie 32CrB4 und 33MnCrB5) liegen bisher keine Untersuchungen zum Risiko flüssigmetallinduzierter Schädigungen vor.

Zwischenzeitlich werden jedoch insbesondere von den Konstrukteuren großer Windenergieanlagen zunehmend feuerverzinkte Schrauben mit Abmessungen deutlich größer als M36 (bis hin zu M64 und größer) gefordert, obwohl es gegenwärtig keine wissenschaftlich abgesicherte Kenntnislage darüber gibt, wie sich das Gefährdungspotenzial einer flüssigmetallinduzierten Rissbildung in Abhängigkeit von der Größe der Schrauben, den verwendeten Zinkschmelzen und den Schraubenwerkstoffen entwickelt. Vor diesem Hintergrund der Entwicklung bei den Schraubenabmessungen ist nicht auszuschließen, dass es auch bei Anwendung einer NT-Verzinkung bei Schrauben mit Abmessungen  $>$  M56 zu flüssigmetallinduzierten Rissbildungen kommen kann. Weiterhin zeigen neuere Untersuchungen, dass bei den derzeit für hochfeste Schrauben verwendeten Werkstoffen und den sich damit einstellenden Werkstoffzuständen auch die für die HT-Verzinkung zulässige Grenzabmessung von M24 zu überdenken ist.

Da sich die LMAC bei HV-Schrauben durch gleichzeitiger Einwirkung einer mechanischen Beanspruchung, Werkstoffzustand und Zinkschmelze als äußerst komplexer Vorgang (Bild 6) [70] erweist, ist die Bestimmungen des Anteil der thermischen Spannungen an der Gesamtschädigung sehr schwierig. Beim Feuerverzinken hängen die induzierten Spannungen im Bauteil von der Eintauchgeschwindigkeit, dem Wärmeübergangskoeffizienten und der Abmessung der Schraube ab. Bis jetzt sind keine kritischen Spannungsgrenzen bekannt, die während der Verzinkung in Schrauben zu keiner Zeit überschritten werden dürfen, um eine Rissbildung mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit auszuschließen.

---

## 3.2 Zielsetzung

---

In dieser Arbeit werden drei Hauptziele verfolgt:

Das **erste Hauptziel** ist die Ermittlung von **Anwendungsgrenzen für das NT- und HT-Feuerverzinken von HV-Schrauben großer Abmessungen**. Hierzu wurden systematische Untersuchungen von Schrauben unterschiedlicher Werkstoffe bis zur Abmessung M72 unter Variation der Verzinkungstemperatur und der Vorwärmung durchgeführt. Anschließend wurden anhand der gewonnenen experimentellen Erkenntnisse wissenschaftlich-technisch abgesicherte Empfehlungen für die Grenzabmessungen für das NT- und das HT-Verzinken formuliert.

Das **zweite Hauptziel** dieser Arbeit ist die **Modellierung der beim Feuerverzinken auftretenden Spannungen** in Abhängigkeit zur Schraubenabmessung. Hierzu wird die Beanspruchung, die während des Feuerverzinkens der Schrauben induziert wird, durch Versuche an einem hochfesten Vergütungsstahl, welcher in einer technisch relevanten Zinkschmelze (Zinkbadklasse 1) feuerverzinkt wird, bestimmt.

Das **dritte Hauptziel** ist die **Bestimmung der kritischen Spannung für die LMAC**. Die kritische Spannung bezeichnet eine Spannung, unterhalb derer die Gefahr für eine LMAC unwahrscheinlich ist. Die kritische Spannung ist dabei abhängig von der Temperatur und der Zinkbadklasse.

Als **Gesamtziel** sollen die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse die Grundlage für die Erstellung von **Risikopotenzial-Schaubildern** legen. Diese auf Basis wissenschaftlich-technisch abgesicherter Analysen erstellten Diagramme definieren die Bereiche in Abhängigkeit vom Werkstoff, der Verzinkungstemperatur und der Zusammensetzung der Zinkschmelze, in denen eine rissfreie Verzinkung möglich ist. Sie erweitern somit den Anwendungsbereich der Verzinkung für HV-Schrauben.

---

## 3.3 Vorgehensweise

---

Die Erreichung der in 3.2 beschriebenen Ziele erfolgt sowohl mittels experimenteller als auch mittels numerischer Untersuchungen. Bild 19 fasst die drei Hauptziele und deren zugrunde liegenden Teilziele bzw. Vorgehensweisen zusammen.

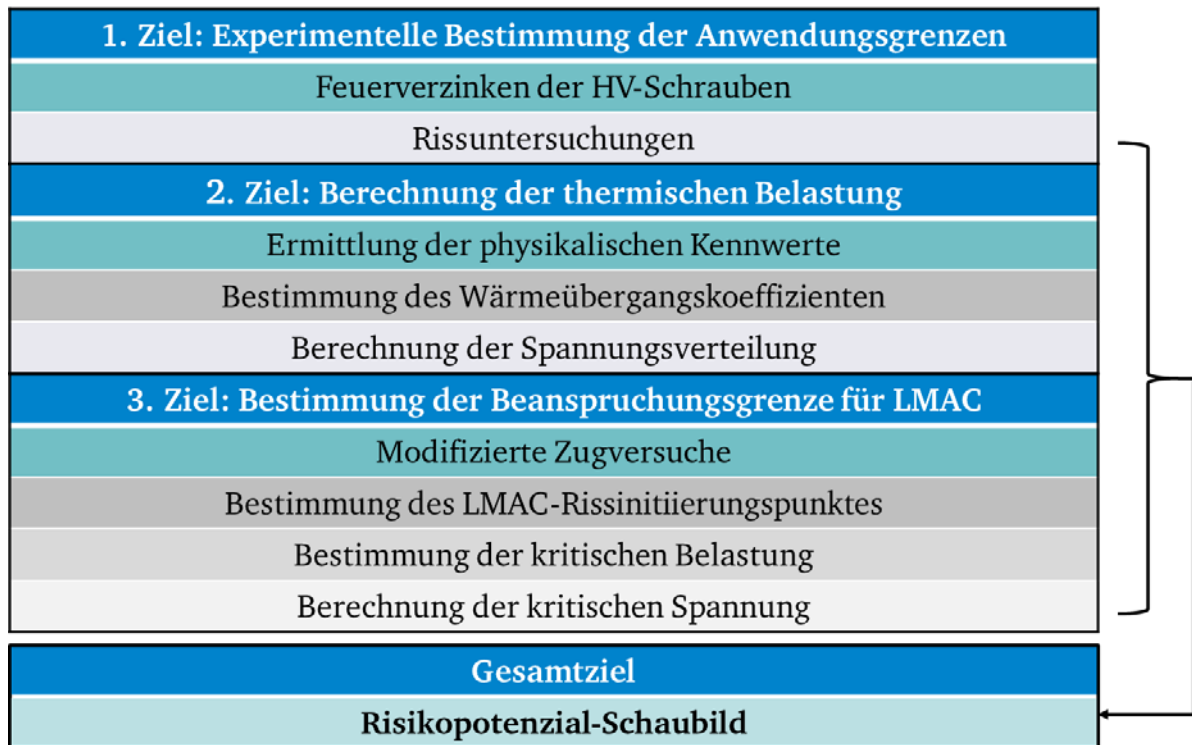


Bild 19: Schematische Darstellung der Hauptziele sowie deren zugrunde liegender Teilziele bzw. Vorgehensweisen.

Zur Erreichung der drei Hauptziele und des Gesamtziels der Arbeit wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

### 1. Hauptziel: Experimentelle Bestimmung der Anwendungsgrenzen

- Experimentelle Untersuchungen zum LMAC-Gefährdungspotenzial von Zinkschmelzen der Zinkbadklasse 1 gemäß DAST-Richtlinie 022 [52] in Abhängigkeit der Abmessungen der zu verzinkenden Schrauben (M36 bis M72) bzw. schraubenähnlichen Proben (M36 und M72) sowie der Verzinkungstemperatur (450 °C und 560 °C) und Untersuchungen zum Einfluss der Vorwärmung der Proben.
- Zerstörungsfreie Rissprüfung der verzinkten Schrauben (Magnetpulververfahren) unter einer mechanischer Vorbelastung (80-90%  $F_{p0,2}$ ) zur Darstellung möglicher LMAC-Risse sowie fraktographische Untersuchung freigelegter Risse und metallographische Gefügeuntersuchungen im Rissbereich.

### 2. Hauptziel: Berechnung der beim Feuerverzinken auftretenden Beanspruchungen

- Bestimmung der Kennwerte und der Eingangsdaten für die FEM-Simulation der beim Feuerverzinken auftretenden Beanspruchungen:
  - Überprüfung der Homogenität der thermischen und mechanischen Eigenschaften der Schrauben mit Durchmesser 72 mm über dem gesamten Querschnitt.
  - Warmzugversuche zur Bestimmung der Fließkurven in Abhängigkeit von der Temperatur.
  - Experimentelle Bestimmung von den Temperatur-Zeit-Verläufen an den bauteilähnlichen Proben und die Bestimmung effektiver Wärmeübergangskoeffizienten

durch Abgleich zwischen den Versuchen und den Rechnungen.

- Simulation der beim Feuerverzinken auftretenden Beanspruchungen in den Schrauben in Abhängigkeit von der Bauteilabmessung und der Verzinkungstemperatur.

### 3. Hauptziel: Bestimmung der kritischen Spannung für die LMAC

- Abgleich und Verifikation mit den Verzinkungsversuchen an Modellproben; hierzu Aufnahme von Kraft-Aufweitungs-Diagrammen in modifizierten Zugversuchen an U-Proben (Bild 20).

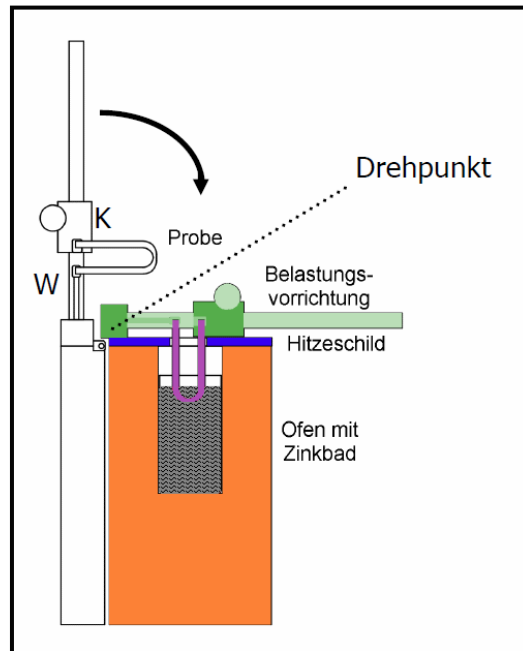


Bild 20: Schematische Darstellung der Prüfeinrichtung für den modifizierten Zugversuch an U-Proben [47].

- Herleitung von Steifigkeitskurven aus den Kraft-Aufweitungs-Diagrammen, um anhand der modifizierten Zugversuche die LMAC-Rissinitiierungsbelastung zu bestimmen.
  - Wahrscheinlichkeitsanalyse um eine Grenzbelastung für das unkritische Feuerverzinken (ohne die Gefahr der LMAC) mit ausreichender Sicherheit anzugeben.
  - Simulation des modifizierten Zugversuchs, um die kritischen Spannungen zur LMAC zu bestimmen. Mit Hilfe der Simulation können die Ergebnisse des modifizierten Zugversuchs verallgemeinert und auf andere Schraubenabmessungen übertragen werden.
- Gesamtziel: Grundlage für Modellbildung **Risikopotenzial-Schaubild**
- Das Risikopotenzial-Schaubild gibt die kritische Spannung zur LMAC-Rissinitiierungsbeanspruchung für jeden Werkstoff, in Abhängigkeit von der Feuerverzinkungstemperatur und Zinkbadklasse, an.



## 4 Bestimmung der Anwendungsgrenzen der Feuerverzinkung

Die Anwendungsgrenzen für das Feuerverzinken der HV-Schrauben wurden in zwei Stufen bestimmt. Zuerst wurden die Feuerverzinkungsparameter festgelegt und die Schrauben gemäß dieser Parameter feuerverzinkt. Danach wurden die Oberflächen der Schrauben nach der Entfernung der Zinküberzüge auf Risse überprüft. Im Falle von Rissanzeigen wurden diese detaillierter untersucht.

### 4.1 Feuerverzinken der Schrauben

Die Verzinkungsparameter wurden unter Berücksichtigung des aktuellen Stands der Technik festgelegt [5, 40, 52]. Neben den Probenabmessungen stellen die Zusammensetzung der Flussmittel (Einfluss auf den Wärmeübergang), die chemische Zusammensetzung der Zinkschmelzen und die Schmelzentemperatur (NT-Verzinken und HT-Verzinken) die wesentlichen Parameter bei den experimentellen Untersuchungen dar.

Die zu verzinkenden Schrauben wurden von drei verschiedenen Schraubenherstellern beschafft. Sie entsprachen der Festigkeitsklasse 10.9. Zusätzlich wurden bauteilähnliche Proben aus Schrauben der Abmessungen M36 und M72 hergestellt. In Tabelle 3 sind die Werkstoffe und Abmessungen der gelieferten Schrauben bzw. der aus den Schrauben zusätzlich hergestellten Proben für die experimentellen Untersuchungen zusammengefasst.

Tabelle 3: Abmessungen und Werkstoffe der Schrauben und bauteilähnlichen Probe

Durchmesser in mm		Probe		Schraube				
		36	72	36	48	56	62	72
Werkstoff (Werkstoffnummer)	32CrB4 (1.7076)	X	-	X	-	-	-	-
	33MnCrB5 (1.7185)	-	-	-	X	-	-	-
	30CrNiMo (1.6580)	-	X	-	-	X	X	X

Alle Schrauben wurden in einem industriellen Feuerverzinkungsbetrieb mit einer Zinkschmelze der Zinkbadklasse 1 nach DAST-Richtlinie 022 [52] feuerverzinkt. Die Zinkschmelze war mit 0,5% Blei und 0,01% Zinn legiert. Bevor die Schrauben feuerverzinkt wurden, waren ihre

Oberflächen nasschemisch (entfettet, gespült, gebeizt, gespült und mit Flussmittel versehen) für das Feuerverzinken vorbereitet worden. Zur Feuerverzinkung derjenigen Schrauben, die vor der Verzinkung vorgewärmt wurden (s.u.), wurde ein spezielles Flussmittel (Lerapas Flux HT) verwendet. Dieses ist bis 250 °C temperaturbeständig. Dadurch konnte die Vorwärmtemperatur der Schraube von den üblichen 80 °C auf 250 °C erhöht werden. Die Konzentration der Flussmittel betrug jeweils 450 g/l. Die Schrauben wurden hierzu bis zu vier Stunden in einem Härteofen erhitzt. Das Erreichen der Vorwärmtemperatur auf 250 °C wurde mittels Pyrometer kontrolliert.

Nach dem Verzinken wurde an den Schrauben eine Oberflächenrissprüfung durchgeführt. Hierzu kam das Magnetpulverprüfung zum Einsatz. Da das Eisenpulver im magnetischen Streufeld (Risse) auf der Stahloberfläche sammelt, war eine vorherige Entzinkung der Schrauben erforderlich. Dazu lagen die Schrauben 12 Minuten lang in 12%iger inhibierter Salzsäure (HCl). Die Ergebnisse der Rissprüfung der Oberfläche nach dem Entzinken der Schrauben sind in Tabelle 4 dargestellt.

Bei allen NT-verzinkten Schrauben wurden keine LMAC-Risse detektiert (z.B. Null detektierte LMAC-Risse auf fünf M36 feuerverzinkten Schrauben 0/5 usw. siehe Tabelle 4). Bei den HT-verzinkten Schrauben traten LMAC-Risse nur bei den Dimensionen M64 und M72 auf (z.B. 6 detektierte LMAC-Risse auf 6 M72 feuerverzinkten Schrauben 6/6 usw. siehe Tabelle 4), sofern diese nicht vorgewärmt wurden. Bei den kleineren Abmessungen kam es, unabhängig davon, ob vorgewärmt wurde, zu keinen LMAC-Rissen.

Die entstandenen Risse wurden ausnahmslos im ersten vollen Gewindegang beobachtet. Ursächlich ist thermisch induzierte Spannung, die aufgrund der Schraubengeometrie hier am höchsten ist. Das Phänomen wird in Kapitel 6 näher erläutert.

Tabelle 4: Anzahl der feuerverzinkten Schrauben und auf deren ersten Gewindegängen detektierte Risse.

Schmelz Temperatur		Schrauben Durchmesser in mm				
		36	48	56	64	72
		LMAC-Riss/Feuerverzinkt				
450 °C	Nicht vorge-wärmt	0/5	0/5	-/-	-/-	0/3
	Vorgewärmt	-/-	0/5	-/-	-/-	0/3
570 °C	Nicht vorge-wärmt	0/5	0/15	0/3	3/3	6/6
	Vorgewärmt	0/5	0/5	-/-	-/-	0/6
Ort der detektierten Risse		-	-	-	1. Gewindegang	1. Gewindegang
Summe		0/15	0/30	0/3	3/3	6/18

Zum Feuerverzinken lagen die Schrauben in einem speziellen Korb. Die Schrauben wurden innerhalb 3 bis 5 Sekunden in die Zinkschmelze eingetaucht. Um die Mindestschichtdicke von  $40\text{ }\mu\text{m}$  [4] zu erfüllen, musste die Feuerverzinkungszeit 120 bis 200 Sekunden (abhängig von Schraubendurchmesser und Temperatur der Zinkschmelze) betragen. Die Schichtdicken wurden nach dem Feuerverzinken Magnetinduktiv nach DIN EN ISO 2178 [71] gemessen (Bild 19).

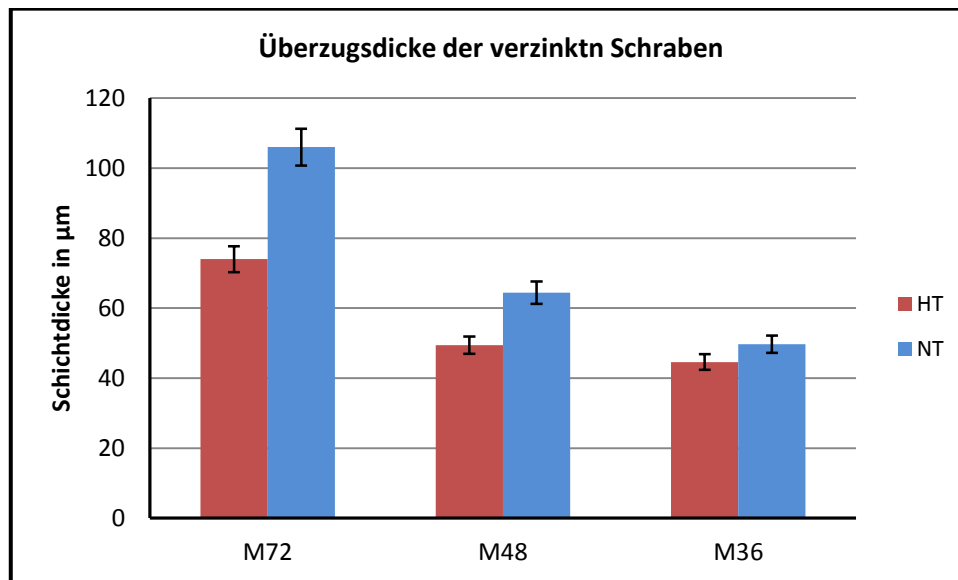


Bild 21: Mittelwert der gemessenen Schichtdicken nach dem Feuerverzinken. Die gemessenen Schichtdicken erfüllen die geforderte Mindestschichtdicke in DIN EN ISO 1461 [4]. Die Fehlerbalken zeigen der Standardabweichung der Mittelwerte.

Wie erwartet ist die Schichtdicke der Zinkschicht bei den NT-feuerverzinkten Schrauben größer als bei den HT-feuerverzinkten Schrauben. Die Gründe dafür wurden bereits im Kapitel 2.1 erklärt. Aus dem Bild 21 ist weiterhin zu erkennen, dass außer der Feuerverzinkungsmethode (Normaltemperatur oder Hochtemperatur) auch der Durchmesser der Schrauben einen Einfluss auf die Schichtdicke hat. Die Schichtdicke nimmt mit dem Schraubendurchmesser zu. Der Grund dafür könnte in der längeren Verweildauer der Schrauben mit größeren Abmessungen in der Zinkschmelze gegenüber den Schrauben mit kleineren Abmessungen liegen. Die längere Tauchzeit ist allerdings erforderlich, weil die Oberflächentemperatur der M72iger Schrauben deutlich später als die der M36iger auf die gewünschte Feuerverzinkungstemperatur steigt.

## 4.2 Rissuntersuchung

Um mögliche LMAC-Risse, die während des Feuerverzinkens in den Schrauben induziert worden waren, zu detektieren, wurden die Schrauben zuerst mit 12%iger inhibierter Salzsäure entschichtet. Anschließend wurden sie auf 90% ihrer 0,2%-Mindestdehngrenze bei Raumtemperatur nach DIN EN ISO6892-1 [72] in einer Zugprüfmaschine beansprucht. Die Schrauben der Abmessung M64 und M72 konnten aufgrund prüftechnischer Beschränkungen nur bis zu 85% bzw. 80% ihrer 0,2%-Mindestdehngrenze bei Raumtemperatur belastet werden (Tabelle 5). Mit diesem Verfahren sollten auch die feinsten vorhandenen Risse geöffnet werden, um diese mittels zerstörungsfreier Rissprüfung zu detektieren.

Tabelle 5: Aufgebrachte Zugkräfte vor der Rissprüfung.

Schraubendurchmesser in mm	Werkstoff	Festigkeitsklasse	Zugkraft in kN
36	32CrB4	10.9	661
48	33MnCrB5	10.9	1093
56	30CrNiMo8	10.9	2030
64	30CrNiMo8	10.9	2500
72	30CrNiMo8	10.9	2500

Die Oberflächen der Schrauben wurden mit dem Magnetpulververfahren auf Risse untersucht (Bild 22a). In der Tabelle 4 ist die Anzahl der detektierten Risse aufgeführt. Ein Teil der festgestellten Risse wurde metallographisch im Längsschliff untersucht bzw. zur weiteren Untersuchung der Bruchmikrostruktur freigelegt. Die metallografischen Rissuntersuchungen weisen den für interkristalline Risse typischen Rissverlauf auf (Bild 22b). Anschließend wurden die Beläge durch Beizen in inhibierter Salzsäure (s.o.) entfernt, um im Rasterelektronenmikroskop (REM) den Bruchverlauf zu analysieren. Die Untersuchungen der Bruchmikrostruktur nach dem Entfernen der Beläge bestätigten den interkristallinen Rissverlauf (Bild 22c). Weiterhin wurden die Beläge im REM mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) analysiert, um die chemischen Bestandteile der Beläge zu bestimmen. Die EDX-Untersuchungen zeigten, dass die Bruchflächen im unbehandelten Zustand mit dem Zink verfüllt waren (Bild 22 d).

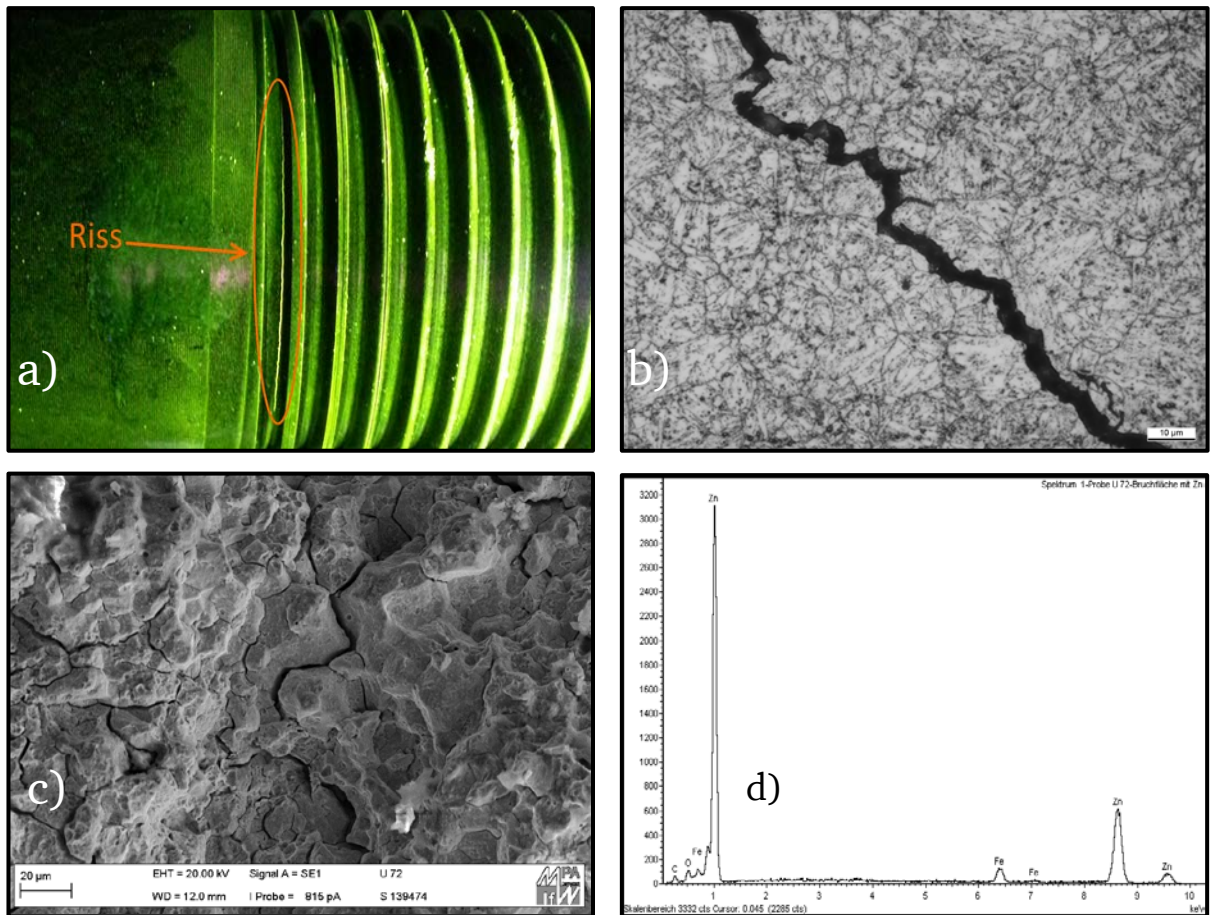


Bild 22: a) Rissprüfung nach dem Magnetpulververfahren. Mit UV-Licht und fluoreszierender Prüfsuspension wurden die Risse detektiert. Die Risse wurden nur im ersten Gewindegang bei M72 und M64 Schrauben detektiert. b) Der Riss verläuft entlang der ehemaligen Austenitkorngrenzen. c) Interkristalliner Bruchverlauf mit deutlich klaffenden Korngrenzen im Randbereich. d) Auf der Bruchfläche wurde das Element Zink nachgewiesen.

Aus der Rissuntersuchung der feuerverzinkten Schrauben und Proben ergeben sich die folgenden wesentlichen Erkenntnisse:

- Risse wurden nur an nicht vorgewärmten HT-verzinkten Schrauben der Dimensionen M64 und M72 festgestellt. Die NT-Verzinkung ist bezüglich der Entstehung von LMAC-Rissen für die Abmessung bis M72 auch ohne Vorwärmen unkritisch.
- Beim HT-Verzinken wirkt sich eine Vorwärmung auf 250 °C günstig auf die Vermeidung von LMAC-Rissen aus. So wurden auch bis M72 keine LAMC-Risse beim Feuerverzinken nach Vorwärmung festgestellt.
- Die metallografischen Untersuchungen zeigen, dass sich die Risse entlang der Korngrenzen ausgebreitet haben und damit das typische Erscheinungsbild für LMAC aufweisen.
- Mikrofraktografische Untersuchungen der freigelegten Risse belegen die interkristalline Rissbildung.
- Mittels EDX-Analysen der Bruchflächen konnte Zink auf den Rissflächen nachgewiesen werden.



---

## 5 Ermittlung der Kennwerte für die FEM-Simulation

---

Zur Berechnung der thermisch induzierten Spannungen in der Schraube während des Feuerverzinkens ist es erforderlich, die thermischen und mechanischen Eigenschaften des Schraubenwerkstoffs zu kennen [73].

Neben der Dichte  $\rho$  sind die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$ , die spezifische Wärmekapazität  $c$  und der Wärmeübergangskoeffizient  $h$  für die Berechnung des beim Verzinken in den Schrauben auftretenden Temperaturgradienten wesentlich [74]. Die dem Temperaturgradienten entsprechende Erwärmung der Schraube bewirkt, abhängig vom Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  des Werkstoffs, Dehnungen in der Schraube. Durch die Behinderung dieser Wärmedehnungen werden abhängig von der mechanischen Werkstoffeigenschaften (Elastizität  $E$  und Duktilität) der Schrauben Spannungen hervorgerufen. Die Spannungen hängen, außer von den o.g. Werkstoffeigenschaften, auch von der Geometrie des Bauteils Schraube ab. Alle physikalischen Größen, die die thermischen Spannungen beeinflussen, sind sowohl werkstoff- und als auch temperaturabhängig [73].

In diesem Kapitel werden die Untersuchungen beschrieben, die zur Bestimmung der physikalischen Eigenschaften der untersuchten Proben durchgeführt wurden. Weiterhin wurden die Randbedingungen für die Simulationen ermittelt.

---

### 5.1 Gleichmäßigkeit der thermischen und mechanischen Eigenschaften

---

Aufgrund ihrer Abmessung wurde bei den Schrauben der Dimension M72 zuerst die Gleichmäßigkeit der thermischen und mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs in verschiedenen Bereichen der Schraube geprüft. Thermische und mechanische Eigenschaften spielen eine wesentliche Rolle bei den Simulationen der Spannungsfelder. Zur Ermittlung wurden neun kleine Zylinder (für Dilatometeruntersuchungen) und neun Zugproben aus einer M72 Schraube angefertigt. Hierzu wurde die Schraube zersägt. Aus den Abschnitten wurden durch Drehen dann zylindrische Proben hergestellt. Aufgrund der eingesetzten Fertigungsverfahren kann davon ausgegangen werden, dass keine relevante Beeinflussung des Schraubenwerkstoffes stattgefunden hat. Die Positionen der herausgenommenen Proben sind exemplarisch für die Zugproben in Bild 23 dargestellt.

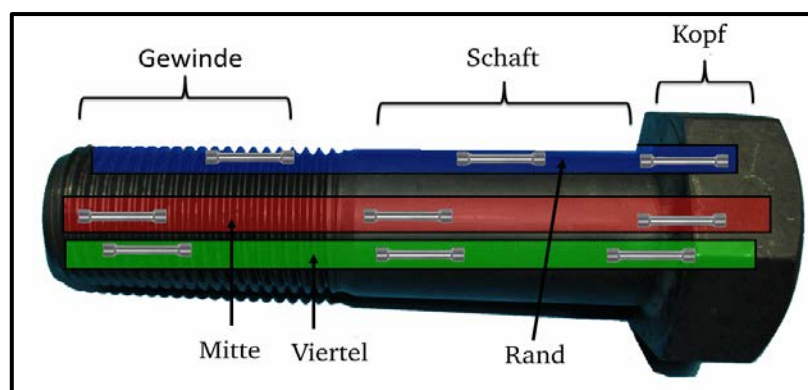


Bild 23: Schematische Darstellung der Position der herausgeschnittenen Zugproben aus einer Schraube der Abmessung M72.



Die Proben wurden aus verschiedenen Teilbereichen der Schraube (Kopf, Schaft und Gewinde) entnommen, um die Eigenschaften in den jeweiligen Bereichen zu untersuchen. Zusätzlich wurden sie jeweils aus dem Randbereich (Rand), dem Kernbereich (Kern) und einem dazwischenliegenden Bereich (Vierteil) entnommen. Die Geometrien und Dimensionen der Proben sind in Bild 24 dargestellt. Die Form der Zugproben wurde gemäß DIN ISO EN 6892-1 [72] gewählt.

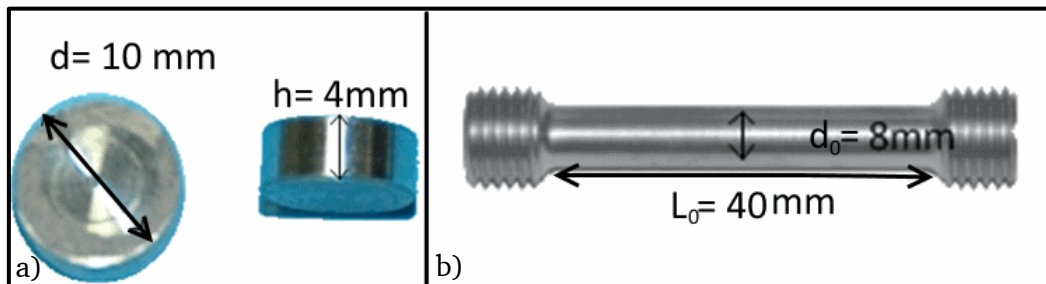


Bild 24: Die aus einer Schraube M72 angefertigten Proben. a) Probe für Dilatometer. b) Probe für Zugversuch.

Mittels Dilatometer wurden die Wärmeausdehnungskoeffizienten der verschiedenen Proben bestimmt und miteinander verglichen. Die Versuche wurden zwischen  $150 \text{ °C}$  und  $550 \text{ °C}$  durchgeführt. Das Verhalten der Schrauben in diesem Temperaturbereich ist für die Feuerverzinkung relevant. Die Wärmeausdehnungskoeffizienten zeigten eine etwa 3%ige Varianz um ihre Mittelwerte. Somit ist die Streuung der Messwerte fast so groß wie die Genauigkeit der Messverfahren (5 %). Folglich konnte in den Dilatometerversuchen kein signifikanter Einfluss des Entnahmeortes der Probe auf den Wärmedehnungskoeffizienten festgestellt werden. Dieser kann also im gesamten Bauteil als homogen angenommen werden (Bild 25).

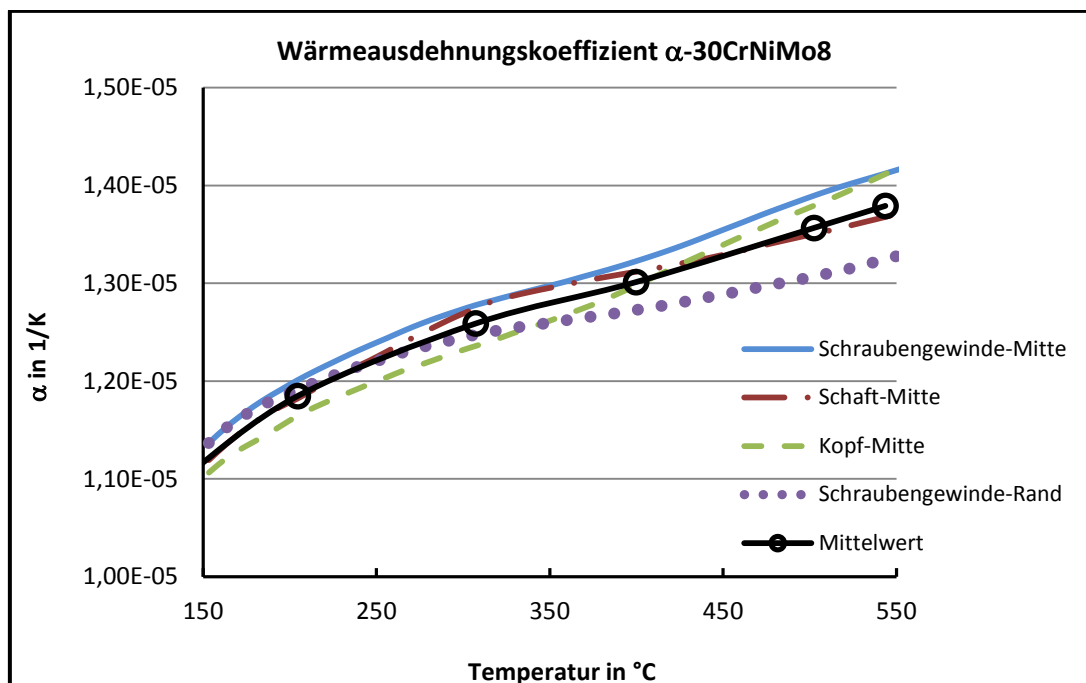


Bild 25: Die thermischen Ausdehnungen der herausgeschnittenen Proben zeigen relative ähnliche Verläufe.

Daher wurden im nächsten Schritt die Mittelwerte aus den Messungen gebildet, um einen Wärmedehnungskoeffizienten für jeden untersuchten Werkstoff zu erhalten. In Bild 25 ist dies exemplarisch für den Werkstoff 30CrNiMo8 aufgezeigt (Abmessungen M56 bis M72). Die



Mittelwerte aus den Versuchen wurden dann mit Literaturwerten verglichen.

Die gemessenen Werte für den Werkstoff 32CrB4 liegen bei Temperaturen  $T \geq 200$  °C auf einem ähnlichen Niveau wie die Wärmeausdehnungskoeffizienten des anderen untersuchten Schraubenwerkstoffes 30CrNiMo8. Deshalb wurden die Simulationen des Feuerverzinkungsprozesses der Schrauben mit den Dimensionen M36 und M48 (32CrB4 und 33MnB5) im Kapitel 6, mit dem Wärmeausdehnungskoeffizienten des Stahls 30CrNiMo8 als gutem Näherungswert durchgeführt. In Bild 26 werden die Literaturwerte und die gemessenen Werte des Wärmeausdehnungskoeffizienten des drei niedriglegierter Stähle bei verschiedenen Temperaturen verglichen [73].

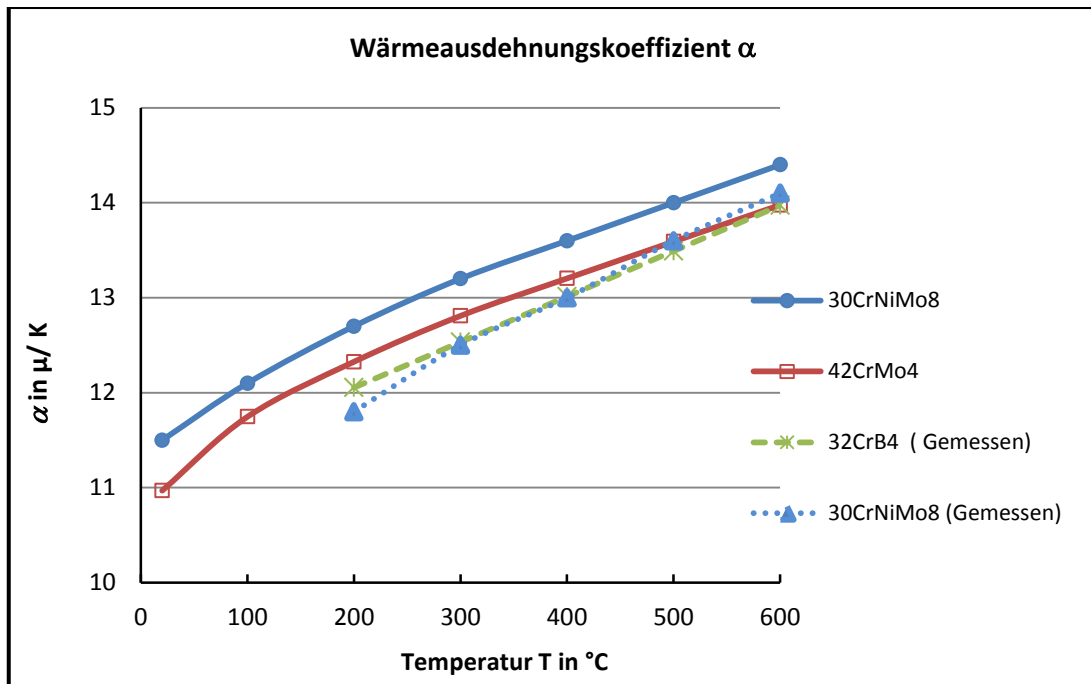


Bild 26: Literaturwerte und Messergebnisse zum Wärmeausdehnungskoeffizient im Vergleich [73].

Im nächsten Schritt wurde das mechanische Verhalten verschiedener Bereiche der Schraube analysiert. Dazu wurden Zugversuche bei Raumtemperatur nach [75] an den herausgearbeiteten Zugproben durchgeführt. Die Messwerte weisen nur sehr geringe Abweichungen voneinander auf (Bild 27), was auf gleichmäßige mechanische Eigenschaften über den gesamten Schraubenquerschnitt hinweist.

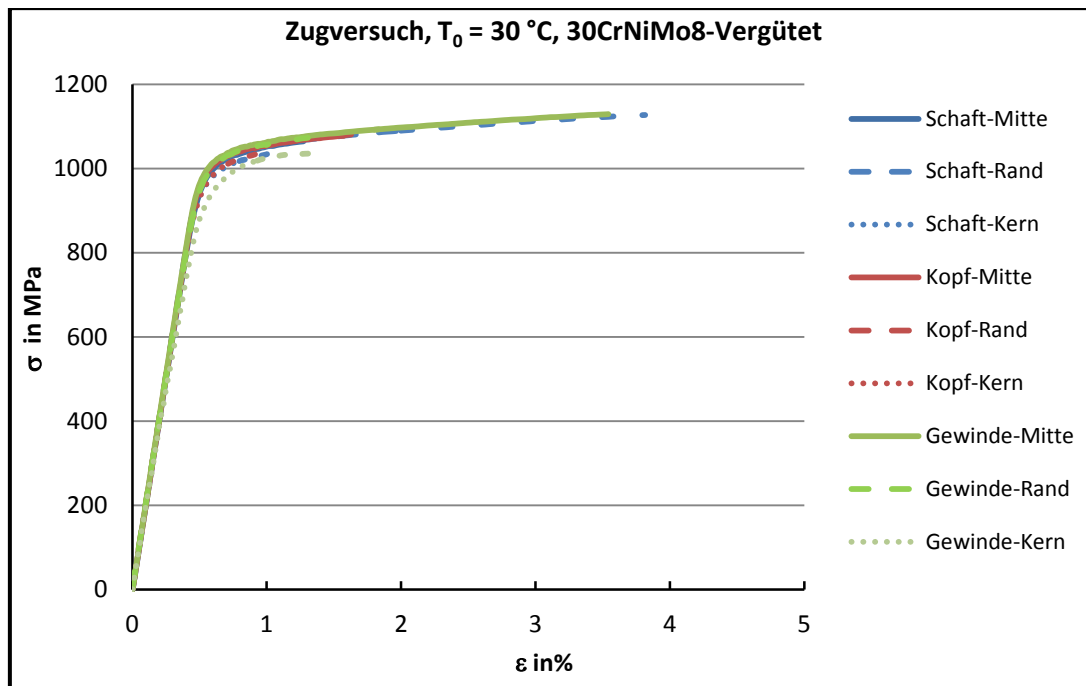


Bild 27: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Proben aus den verschiedenen Bereichen der Schraube.

Die aus den Versuchsergebnissen berechneten Kennwerte des Schraubenwerkstoffs sind in Tabelle 6 wiedergegeben.

Tabelle 6: Aus den Versuchsergebnissen berechnete Kennwerte des Schraubenwerkstoffs.

	E-Modul in GPa	$R_{p0,2}$ in MPa	$R_m$ in MPa
Mittelwert	202	1016	1137
Mittelwert Streuung in %	$\pm 0,2\%$	$\pm 0,69\%$	$\pm 0,31\%$

## 5.2 Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität der Festkörpermetalle kann mit relativ guter Näherung für die Raumtemperatur und höheren Temperaturen klassisch aus der Gastheorie (Dulong-Petit-Gesetz) hergeleitet werden [76]. Das Dulong-Petit-Gesetz besagt, dass die Festkörpermetalle bei der Raumtemperatur und höheren Temperaturen eine molare Wärmekapazität besitzen, die näherungsweise einen Wert von  $3R \approx 25 \text{ J/mol K}$  annimmt [77]. Weiterhin ist zu beachten, dass Eisen und Stahl ihre ferromagnetischen Eigenschaften mit steigender Temperatur verlieren [78]. Die Ausrichtung der Elementarmagnete (ferromagnetische Eigenschaften) geht mit ansteigender Temperatur zunehmend verloren. Mit Überschreiten eine bestimmte Temperatur (der Curie-Temperatur) verschwinden die ferromagnetischen Eigenschaften vollständig, da die magnetische Ordnung (Ausrichtung der Elementarmagnete, Weiß'sche Bezirke) komplett verloren geht. Dieser Vorgang verursacht eine große Entropieänderung [79]. Daher nimmt die spezifische Wärmekapazität ferromagnetischer Werkstoffe im Bereich der Curie-Temperatur (magnetischer Übergang) stark zu (Bild 28). Dementsprechend nimmt die molare Wärmekapazität größere Werte als  $3R \approx 25 \text{ J/mol K}$  an. Da die beim Feuerverzinken erreichten Temperaturen relativ nahe

an diesem Bereich liegen, müssen die Simulationsrechnungen zur Bestimmung der Temperaturgradienten mit den temperaturabhängigen spezifischen Wärmekapazitäten durchgeführt werden.

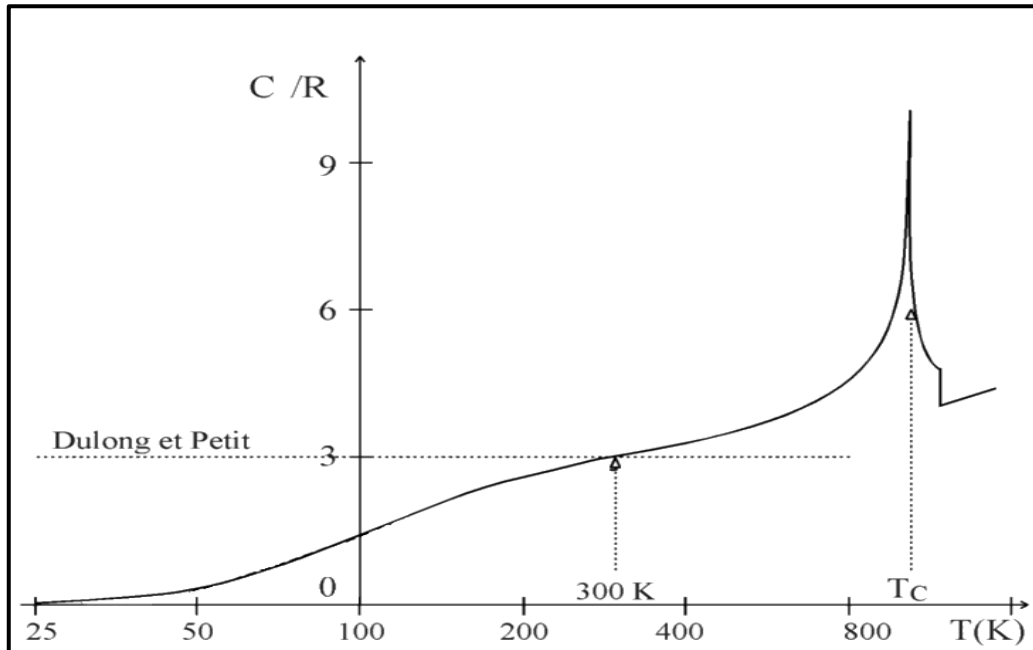


Bild 28: Temperaturabhängigkeit der molaren Wärmekapazität von Eisen. Mit steigender Temperatur überschreitet die molare Wärmekapazität den Dulong-Petit-Wert ( $3R$ ) [80].

Nach [81] ist bei Stählen der Einfluss des Werkstoffs auf die spezifische Wärmekapazität  $c$  gering. Viele für den praktischen Einsatz relevante Stähle weisen ähnliche Werte für die spezifische Wärmekapazität auf (Bild 29) [73]. Deshalb wurden alle Simulationen mit der spezifischen Wärmekapazität des Stahls 30CrNiMo8 als gutem Näherungswert durchgeführt.

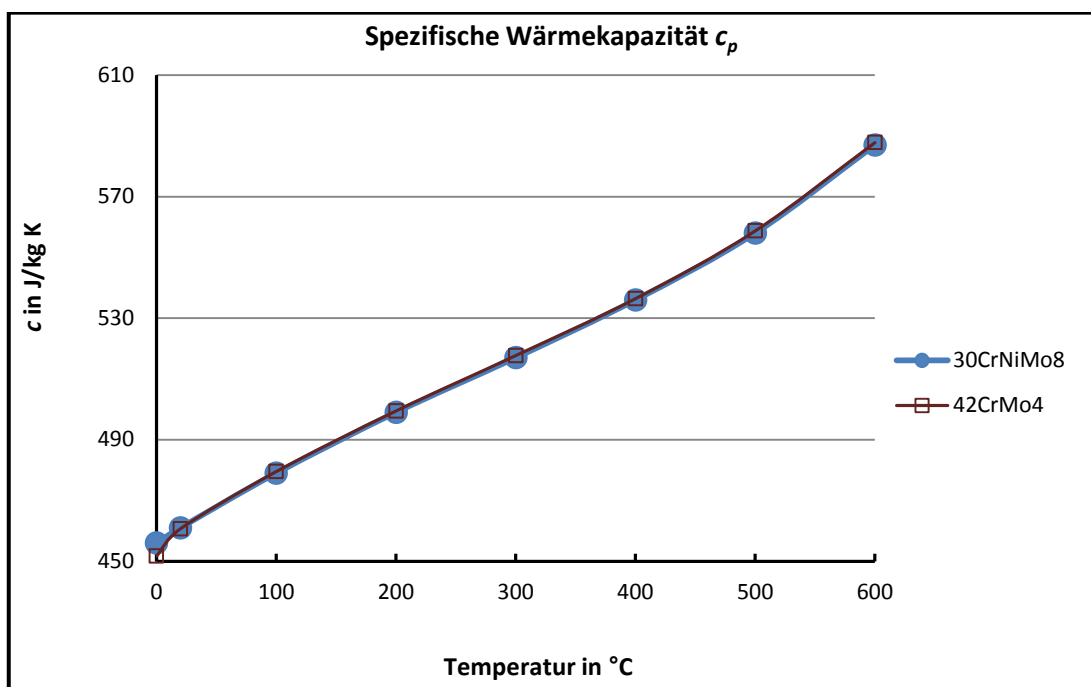


Bild 29: Literaturwerte der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit zur Temperatur für zwei niedriglegierte Stähle [81-83].

### 5.3 Wärmeleitfähigkeit

Beim Feuerverzinken findet die Erwärmung der Schraube durch die Zinkschmelze und der Temperatenausgleich innerhalb der Schraube durch Wärmeleitung statt [84]. Dabei ist die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  nach [81] sowohl von der Stahlsorte (Legierung) als auch von der Temperatur abhängig (Bild 30) [73].

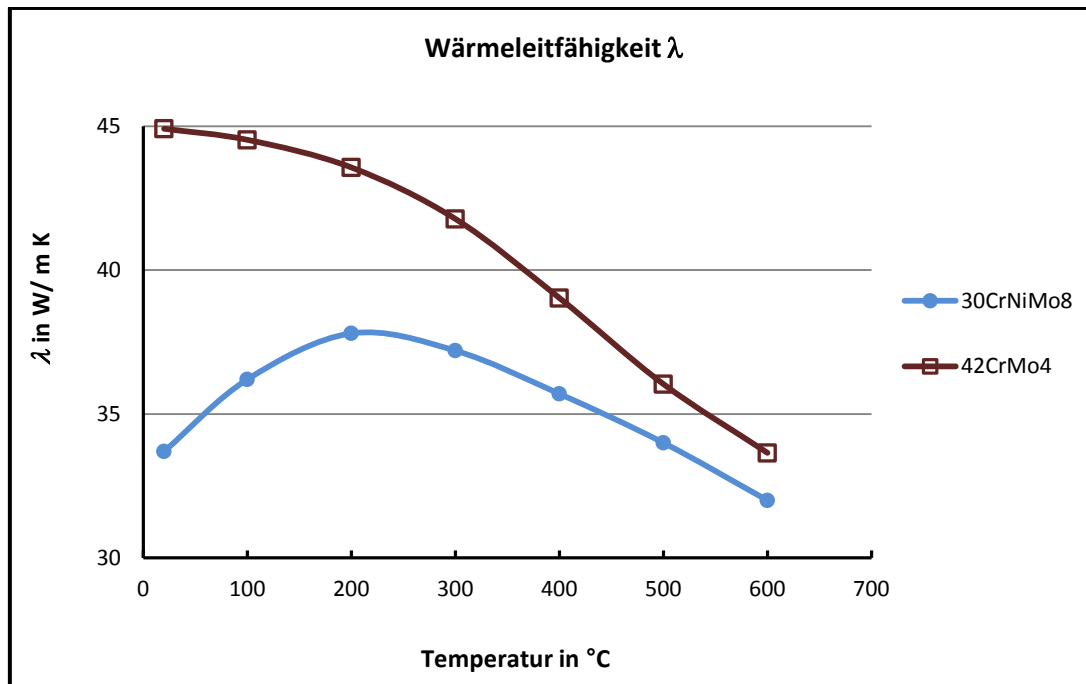


Bild 30: Literaturwerte für die Wärmeleitfähigkeiten zweier niedriglegierter Stähle [73, 81, 82].

In Bild 30 werden die Literaturwerte für die Wärmeleitfähigkeiten zweier Werkstoffe verglichen. Offensichtlich ist die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von der Temperatur in hohem Maße von der Legierungszusammensetzung bestimmt. Während nach einfacher theoretischer Überlegung zu erwarten wäre, dass aufgrund der zunehmenden Temperatur die Wärmeleitfähigkeit immer weiter zurückgeht (vgl. 42CrMo4), durchläuft der Werkstoff 30CrNiMo8 zunächst ein Maximum der Wärmeleitfähigkeit. Um dieses Verhalten zu erklären, wird die Theorie der Wärmeleitung in Metallen und Legierungen kurz diskutiert.

In Metallen transportieren hauptsächlich die freien Elektronen die Wärme. In hochreinen Metallen sind die Streuungen der Elektronen an Defekten (Verunreinigungen, etc.) das dominante Phänomen für den Wärmetransport bei tiefen Temperaturen. In diesem Temperaturbereich nimmt die Wärmeleitfähigkeit der Metalle linear mit dem Temperaturanstieg zu. Mit zunehmender Temperatur werden allerdings die Kollisionen zwischen Elektronen und Phononen häufiger, weil die Zahl und die Frequenz der Phononen anwachsen [85]. Daher nimmt die Wärmeleitfähigkeit wieder ab. Dadurch ergibt sich bei hochreinen Metallen ein ausgeprägtes Maximum der Wärmeleitfähigkeit.

Die Wärmeleitfähigkeit wird durch Verunreinigungen stark beeinflusst. Bei den technischen Metallen werden die freien Elektronen deutlich stärker durch Verunreinigungen gestört als bei den hochreinen Metallen [86]. Dadurch nimmt die Steigung der Wärmeleitfähigkeitskurve ab

[87] und das Maximum der Wärmeleitfähigkeit tritt erst bei höheren Temperaturen auf. Bei Legierungen ist kein ausgeprägtes Maximum mehr zu beobachten (Bild 31).

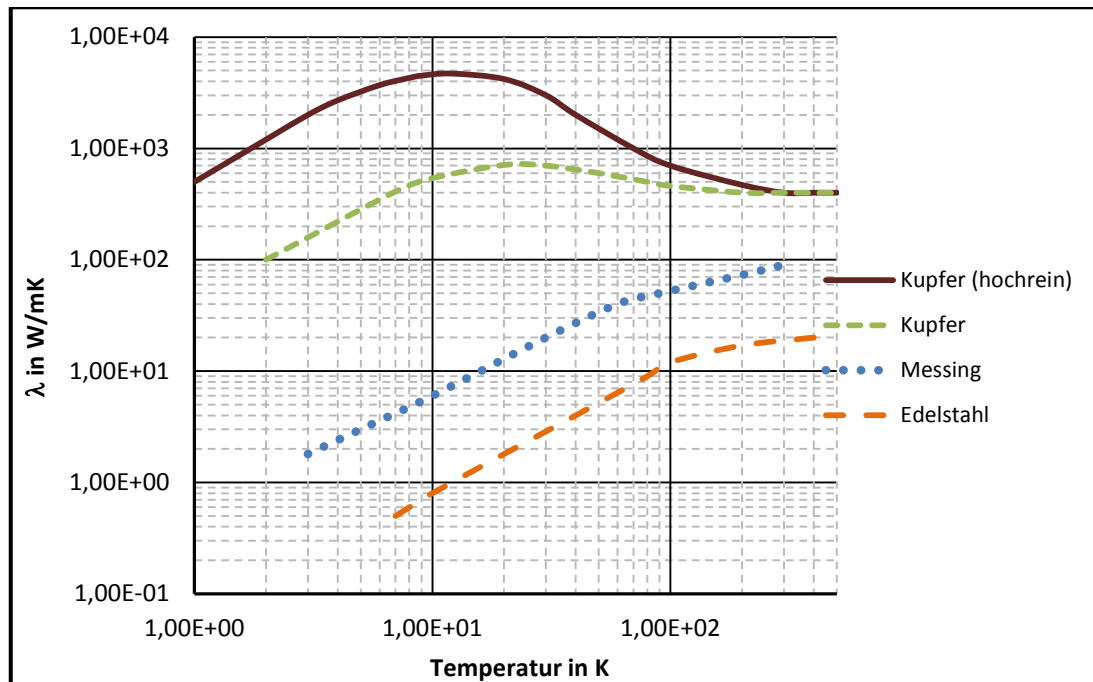


Bild 31: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von hochreinem Kupfer, Kupfer, Messing und Edelstahl. Mit zunehmendem Anteil an Verunreinigungen nimmt die Wärmeleitfähigkeit ab [87].

Mit zunehmendem Gehalt an Legierungselementen (Verunreinigungen) sinkt die Wärmeleitfähigkeit auch bei den Stählen [81]. Die Stähle 30CrNiMo8 und 13CrMo4-4 erreichen das Maximum der Wärmeleitfähigkeit bei fast 100 °C (Bild 32). Bei austenitischen Stählen tritt ein Maximum der Wärmeleitfähigkeit entweder nicht ausgeprägt oder gar nicht auf. Die Wärmeleitfähigkeit der austenitischen Stähle und der unlegierten Stähle liegen zwischen 10 W/mK und 73 W/mK. Mit zunehmender Temperatur wird der Unterschied der Wärmeleitfähigkeit der Stähle kleiner und bei 900 °C zeigen fast alle einen einheitlichen Wert (ungefähr 30 W/m K) [81].

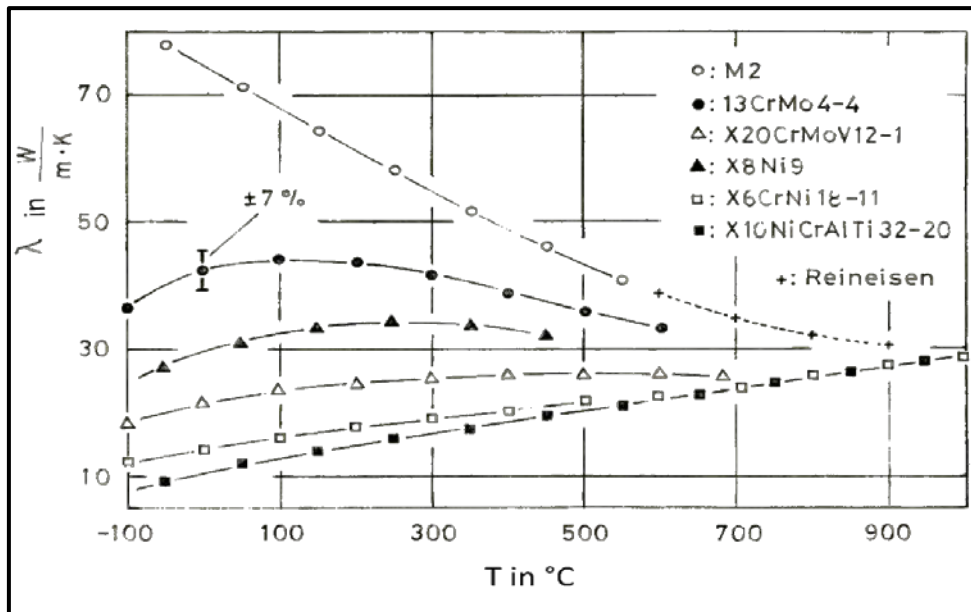


Bild 32: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit der Eisenlegierungen [81].

Die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit der Stähle von der Legierungszusammensetzung muss bei der Simulation des thermischen Verhaltens (Aufheizphase in der Zinkschmelze) berücksichtigt werden. Aus diesem Grund wurden für die Simulationen der Wärmeentwicklung in den Schrauben M36 und M48, die aus den Werkstoffen 32CrB4 und 33MnB5 bestanden, die Wärmeleitfähigkeit des Stahls 42CrMo4 angenommen. Dieser weist einen ähnlichen Gehalt an Legierungselementen auf. Daher sollten sie eine ähnliche temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit aufweisen (Tabelle 7).

Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stähle [88].

	Werkstoff			
	42CrMo4	32CrB4	33MnCrB5-2	30CrNiMo8
	Mittlerer Massenanteil der Elemente in %			
C	0,42	0,32	0,33	0,3
Cr	1	1	0,5	2
Mo	0,25	-		0,4
Mn	0,75	0,75	1,25	0,45
B	-	0,003		-
P	0,03	0,01	0,04	0,03
S	0,04	0,008	0,04	0,04
Si	0,4	0,1	0,4	0,4
Ni	-			2
Σ	2,89	2,19	2,56	5,62

## 5.4 Elastizitätsmodul

Die Literaturwerte zeigen, dass das E-Modul niedriglegierter Stähle bei der Raumtemperatur bei etwa 210 GPa liegt und mit zunehmender Temperatur deutlich abnimmt. Der Werkstoff verliert an Steifigkeit (Bild 33) [81]. Aus den Warmzugversuchen [89] wurden die Tangenten im Elastizitätsbereich gebildet und mit den Literaturwerten für das E-Modul bei der Raumtemperatur verglichen. Die in den Warmzugversuchen ermittelten E-Module lagen unterhalb der Literaturwerte. Deshalb wurden alle Simulationen der realen Schrauben im Kapitel 6 mit den E-Modulen des Stahls 30CrNiMo8 als gutem Näherungswert durchgeführt.

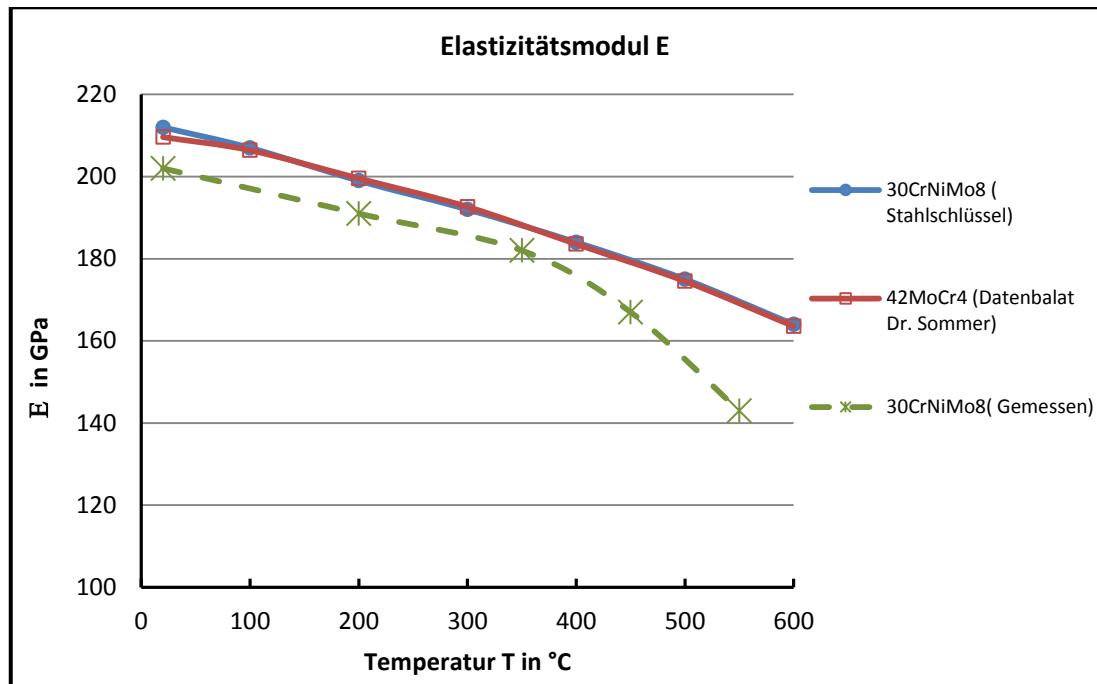


Bild 33: Literaturwerte für das E-Modul zweier niedriglegierter Stähle [73, 82, 83].

## 5.5 Aufnahmen der Fließkurven

Die thermischen Dehnungen rufen beim Feuerverzinken Spannungen hervor. Gerade bei Schrauben großer Abmessungen können Kerben, z.B. der Gewindegrund oder der Kopf-Schaft-Übergang, in der Folge überelastisch beansprucht werden. Um dies in den Simulationen zu berücksichtigen, muss als Rechenmodell elastisch-plastisches Materialverhalten angenommen werden. Dazu ist die Kenntnis der Fließkurven der verwendeten Werkstoffe für die Temperaturen, die während des Feuerverzinkens auftreten, erforderlich. Die Fließkurven wurden mit Zugproben, die aus drei Schraubenchargen (32CrB4, 33MnCeB5 und 30CrNiMo8) und U-Probenchargen (42CrMo4) Chargen gefertigt wurden, bei verschiedenen Temperaturen nach der in [89] beschriebenen Vorgehensweise in Warmzugversuchen bestimmt. Die gelieferten Schrauben hatten die Festigkeitsklasse 10.9 und zeigten bei Raumtemperatur alle ähnliche Fließverhalten. Der Werkstoff 30CrNiMo8 zeigte dabei eine deutlich bessere Warmfestigkeit als die Werkstoffe 32CrB4, 33MnCrB4 und 42CrMo4. Aus den aufgenommenen Spannungen und Dehnungen wurden die wahre Spannungen und Dehnungen für FEM-Simulationen hergeleitet (Bild 34).

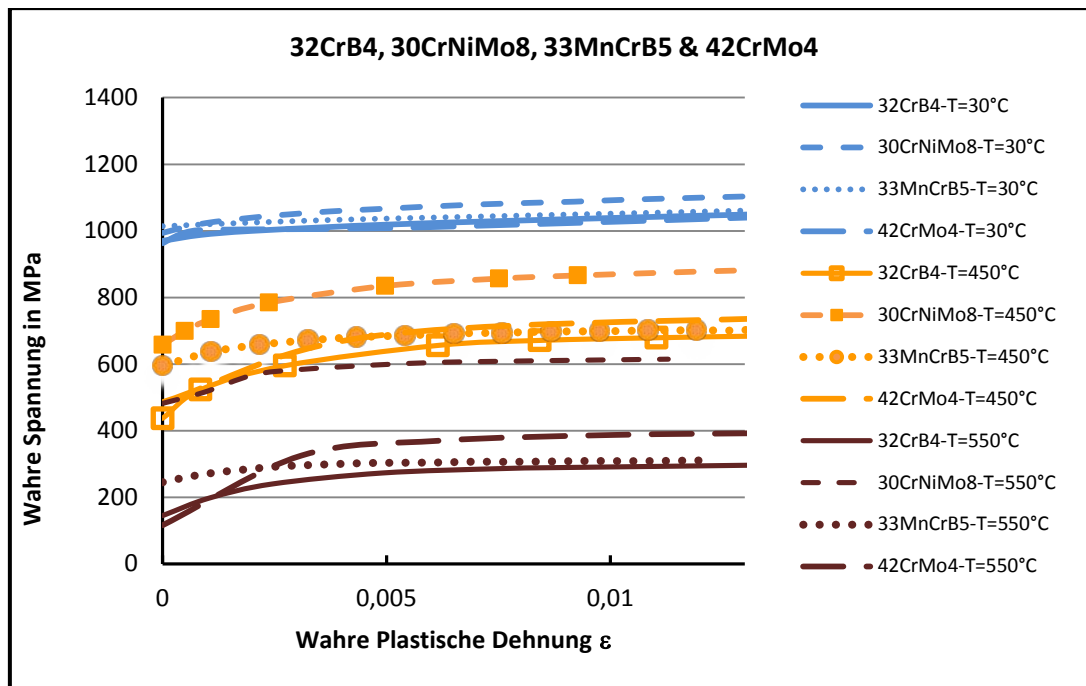


Bild 34: Plastische Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Werkstoffe der untersuchten Schrauben bei verschiedenen Temperaturen [73].

## 5.6 Messung der Temperatur während des Feuerverzinkens

Der Wärmestrom, der von der Zinkschmelze auf die Schraube übertragen wird, hängt von der Temperaturdifferenz zwischen Schraube und Zinkschmelze und dem effektiven Wärmeübergangskoeffizienten ab. Um letzteren zu bestimmen, wurden die Temperaturänderungen in den schraubenähnlichen Proben während des Feuerverzinkens kontinuierlich durch Thermoelemente, die in eigens dafür erodierte Kanäle eingebettet waren, gemessen. Die Messungen wurden bei verschiedenen Temperaturen der Zinkschmelze (HT- und NT-Verzinken) durchgeführt. Zusätzlich wurde der Einfluss des Vorwärmens, das ursprünglich zur Herabsetzung der thermischen induzierten Spannungen in der Schraube eingesetzt wurde, auf den effektiven Wärmeübergangskoeffizienten betrachtet.

Um den Einfluss der Geometrie auf den effektiven Wärmeübergangskoeffizienten zu untersuchen, wurden verschiedene Probentypen mit bauteilähnlichen Details untersucht, die verschiedene charakteristische Bereiche der Schraube abbilden (Bild 35). Zur Betrachtung der Temperaturausbereitung in den verschiedenen Bereichen der Schraube wurden die Temperaturen an unterschiedlichen Positionen in den Proben mit Thermoelementen vom Typ K gemessen. Zur Temperaturmessung müssen die verwendeten Proben angepasst werden, um Thermoelemente in den Bereichen anbringen zu können, in denen die Temperaturen ermittelt werden sollten. Dazu wurden Kanäle in den Proben erodiert. Diese Kanäle modifizieren das Gewicht (Masse) der Probe. Je geringer die Modifikation an den Proben ist, desto genauer spiegelt der Messwert die physikalische Größe für die unbeeinflusste Probe wieder. Um diese Modifikationen (Massenverringerung) so gering wie möglich zu halten, beträgt der Durchmesser der Kanäle nur 1,1 mm. Die Masse der Proben und damit das Aufwärmverhalten werden kaum verändert. Die Temperaturen wurden am Endpunkt der Kanäle aufgezeichnet (Bild 35). Die hierzu in die Kanäle eingebrachten Thermoelemente wurden mit einem speziellen Klebmittel (Keramik-Vergießmasse)



fixiert.

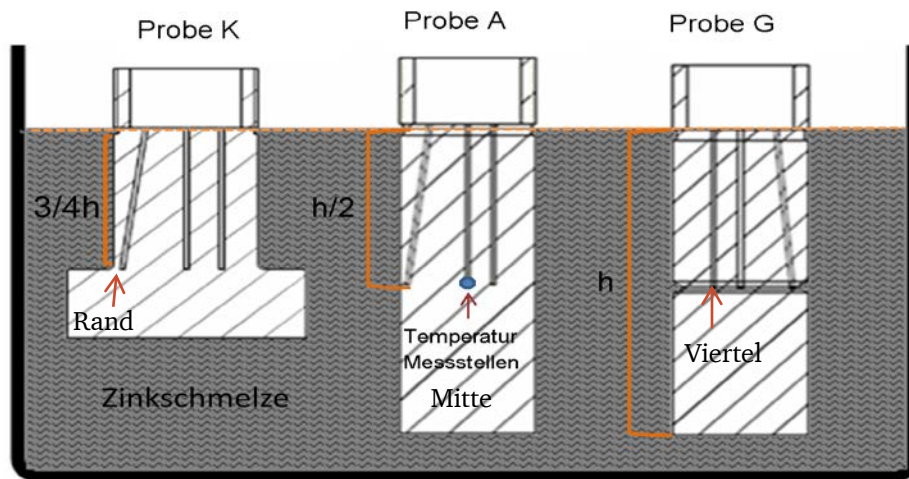


Bild 35: Temperaturmessung während des Feuerverzinkens. Die Temperatur wird am Bohrungsende aufgezeichnet. Die Proben tauchen bis zur gestrichelten Linie in die Zinkschmelze ein [73].

Die Länge der Kanäle bei den Proben der Formen A und G beträgt die Hälfte der gesamten Probenhöhe. Bei Proben der Form K verläuft der Kanal bis auf 75 % der Probenhöhe.

Die Thermoelemente befinden sich alle auf gleicher Höhe. Nur ihre Entfernungen zur Probenoberfläche sind unterschiedlich. In radialer Richtung befindet sich je ein Messpunkt bei halbem Durchmesser bzw. in Probenmitte, bei einem Viertel des Durchmessers und direkt am Rand. Sie werden systematisch mit „Mitte“, „Viertel“ und „Rand“ bezeichnet (Bild 35). Der Kanal am Rand ist bewusst mit einer Neigung eingebracht, um die Wärmediffusion zur Probenmitte so wenig wie möglich unter den gegebenen geometrischen Randbedingungen zu beeinflussen. Die Lage der Kanäle wurde nach dem Erodieren mittels Computertomograph (CT) untersucht. Die Analysen der CT-Bilder zeigen, dass die Kanäle gemäß den vorgegebenen Zeichnungen erodiert wurden und ihre Positionen über alle Proben eines Typs hinweg nur sehr wenig streuten (Bild 36).

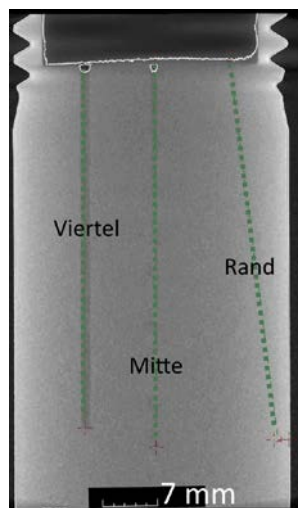


Bild 36: Mit dem CT aufgenommenes Bild. Die Kanäle sind deutlich sichtbar [73]. Der Durchmesser der Probe beträgt 36 mm.

Zum Schutz der Thermoelemente vor der Zinkschmelze wurden Mantelthermoelemente für die Temperaturmessung eingesetzt. Der Mantel der Thermoelemente besteht hierbei aus einer

Nickel-Eisen-Chrom-Legierung, die den Einsatz unter extrem rauen Umgebungsbedingungen (Temperatur, korrosive Beanspruchung) ermöglicht. Innerhalb des Mantels befindet sich das eigentliche Thermoelement. Der Raum zwischen Thermoelement und Mantel ist mit hochkomprimiertem Magnesiumoxid gefüllt. Dies ermöglicht einen guten Wärmeübergang zwischen Thermoelement und Mantel.

Es wurden Proben mit den Durchmessern 36 mm und 72 mm untersucht. Aus den Ergebnissen wurden die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten bestimmt. Für die Probendurchmesser, die zwischen den beiden Schraubendurchmessern liegen, konnten die entsprechenden Werte interpoliert werden (6.1).

Bei Temperaturmessungen können sich systematische Fehler ergeben. Um diese zu reduzieren, wurden in einer geschmolzenen Salzmischung aus Kaliumnitrat ( $\text{KNO}_3$ ) und Natriumnitrit ( $\text{NaNO}_2$ ) Vorversuche bei den geplanten Verzinkungstemperaturen durchgeführt, bevor die Temperaturmessungen in der Zinkschmelze stattfanden.

Dabei wurden zwei wichtige Einflussfaktoren, die bei Temperaturmessungen zur Verfälschung der Messergebnisse führen können, erkannt und beseitigt:

- Direkter Kontakt der flüssigen Salzschieme mit dem Thermoelement durch das Eintauchen der gesamten Probe in das geschmolzene Salz
- Verschieben des Thermoelements aus dem vorgesehenen Messpunkt während des Eintauchens der Proben in die Salzschieme.

Durch nicht vollkommenes Eintauchen der Probe in die Salzschieme wurde der erste Einflussfaktor ausgeschlossen. Um die Verschiebung des Thermoelements zu vermeiden, wurde ein spezieller Klebstoff zur Fixierung der Thermoelemente in den Kanälen eingesetzt. Die Mittelwerte der mit Kreisen markierten Temperaturen zu verschiedenen Tauchzeiten aus Bild 37 sowie die aus den 7 Einzelmessungen bestimmten Standardabweichungen sind in Tabelle 8 dargestellt.

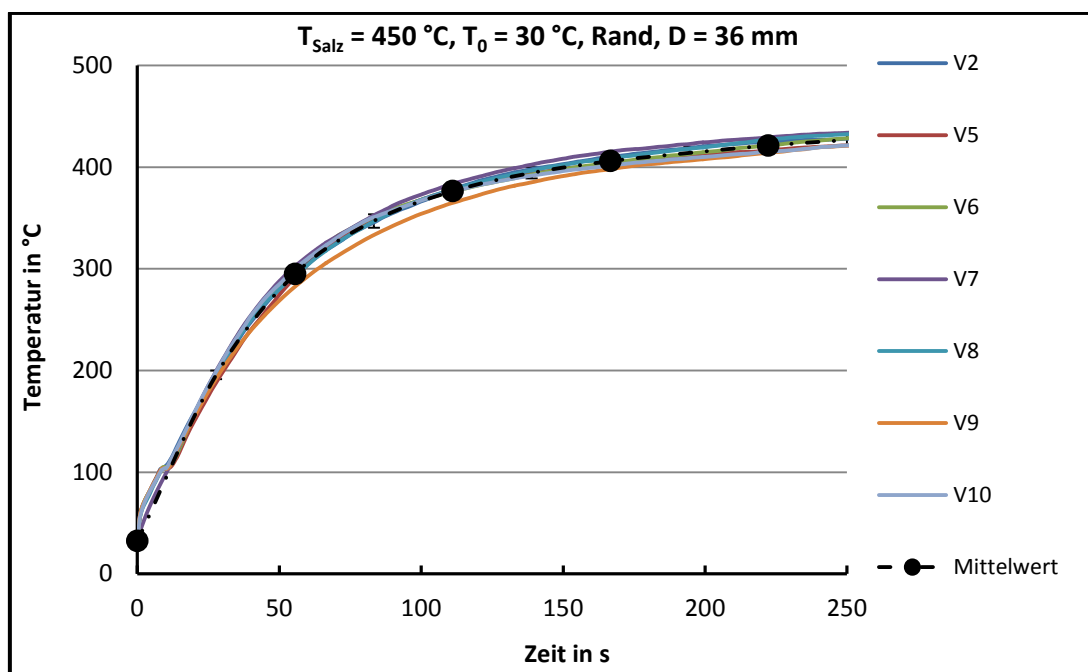


Bild 37: Nach der Beseitigung der Fehlerfaktoren wurden bei der Wiederholung des Messvorgangs nur geringe Messabweichungen beobachtet. Die zeitlichen Temperaturverläufe wurden am Rand der Probe gemessen.

Tabelle 8: Mittelwerte und Abweichungen der Temperaturmessungen in der Salzschnelze. Die Werte wurden aus sieben einzelnen Messungen berechnet. Die Versuche wurden nur mit der Probenform A durchgeföhrt. Die Messwerte wurden in Bild 37 mit Kreisen markiert.

Punktnummer	Mittelwert in °C	Abweichung in °C
1	32,32	2,44
2	295,04	6,72
3	376,41	5,67
4	405,89	5,81
5	421,19	6,07

Zur Ermittlung der effektiven Wärmeübergangskoeffizienten der Zinkschnelze wurden die Proben praxisnah in einem industriellen Feuerverzinkungsbetrieb verzinkt. Die Untersuchungen fanden in einem Zinkbad der Zinkbadklasse 1 statt. Bevor die Proben in die Zinkschnelze eingetaucht wurden, erfolgte eine Vorbereitung der Oberfläche gemäß DIN EN ISO 12944-4 [20]. Dann wurden die Proben innerhalb 10 Sekunden bis zur gestrichelten Linie in Bild 35 in die Zinkschnelze eingetaucht. Während des Prozesses wurden die Temperaturen an den drei vorgesehenen Messpunkten über vier Minuten hinweg gemessen (Bild 38). Um mehr Messwerte aufnehmen zu können, wurde die Proben ein bis zwei Minuten länger in der Zinkschnelze gehalten als bei der Standardverzinkung von Schrauben gleichen Durchmessers. So konnte insbesondere der Übergang von der Aufheizphase zu einem quasistationären Temperatur-Bereich besser bestimmt werden.

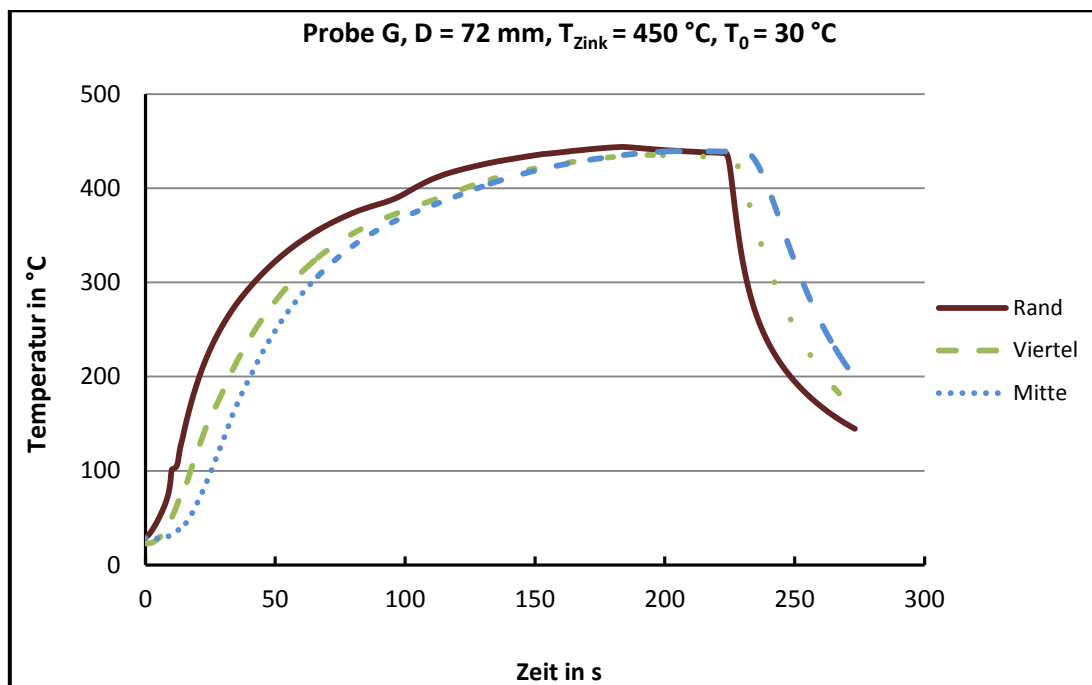


Bild 38: Temperaturentwicklung in drei verschiedenen Messpunkten beim Normaltemperaturfeuerverzinken. Der Durchmesser der Probe-G beträgt 72 mm.

---

In der Aufheizkurve des Randes bleibt nach etwa 25 Sekunden für wenige Sekunden die Temperatur konstant. Dies könnte auf das Erstarren der Zinkschmelze an der (noch kühleren) Probenoberfläche zurückgeführt werden. Nach 100 Sekunden wird diese erstarrte Zinkschicht erneut aufgeschmolzen. Dieser Vorgang entzieht der Probenoberfläche Wärme. Daher ist in der Aufheizkurve des Randes knapp unterhalb des Schmelzpunktes des Zinkes kurzfristig ein leichter Abfall zu beobachten. Diese Delle in der Temperatur-Zeit-Kurve wurde auch bei Hasselmann erwähnt [13]. Nach fast drei Minuten erreicht die gemessene Temperatur an dem Rand der Probe mit dem 72 mm Durchmesser die Temperatur der Zinkschmelze ( $T_{\text{Schmelze}}=450\text{ °C}$ ). Die Proben lagen 200 Sekunden in der Zinkschmelze. 20 Sekunden später wurden die Proben im Wasserbad abgeschreckt.

---

## 6 Berechnung der auftretenden Spannung

---

Beim Eintauchen der Schrauben in die Zinkschmelze diffundiert die Wärme (Energie) der Zinkschmelze von der Schraubenoberfläche in den Kernbereich der Schraube. Man spricht auch von Wärmeleitung. Da die Wärmeleitfähigkeit des Schraubenwerkstoffes begrenzt ist, dringt die Wärme erst mit einer Zeitverzögerung bis zur Mitte der Schraube vor. Dabei entstehen Temperaturgradienten zwischen Rand und Kern. Diese Temperaturgradienten rufen lokal unterschiedlich große Dehnungen hervor, die sich teilweise gegenseitig behindern. Deshalb werden Spannungen im Bauteil induziert. Aufgrund der Kerbwirkung sind diese induzierten Spannungen in den Gewindegängen und am Kopf-Schaft-Übergang am größten. Daher ist es unerheblich, welche Schraubenlängen untersucht werden, da die LMAC-Risse immer an den vorgenannten Stellen auftreten. Die gewonnenen Ergebnisse hängen also nur vom Schraubendurchmesser ab und lassen sich auf den Großteil der praktisch angewendeten HV-Schrauben übertragen. Bei einem anfälligen Werkstoffzustand und bei Anwesenheit einer Zinkschmelze können die thermisch induzierten Spannungen lokal die Beanspruchbarkeit des Werkstoffs in der Zinkschmelze überschreiten, so dass es zur LMAC während der Feuerverzinkung kommt.

Es ist nahezu unmöglich, die induzierten Spannungen während des Feuerverzinkens genau zu messen. Daher muss die Spannungsanalyse mittels numerischer Simulation unter Verwendung geeigneter mathematischer Methoden (FEM) und entsprechender Simulationssoftware erfolgen. Im Rahmen dieser Studie wurde hierzu wie folgt vorgegangen:

Zunächst wurden mit der FEM die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten anhand der Ergebnisse aus den Temperaturmessungen an Proben berechnet. Der effektive Wärmeübergangskoeffizient bestimmt, wie rasch die Wärme aus der Zinkschmelze in die Schraube transzendiert. Je schneller die Wärme von der Zinkschmelze auf die Schraubenoberfläche übergeht, desto höher werden die Temperaturgradienten und folglich die induzierten Spannungen.

Anschließend wurden hieraus die resultierenden lokalen Dehnungen und letztlich die Spannungen in der Schraube berechnet.

---

### 6.1 Bestimmung des (effektiven) Wärmeübergangskoeffizienten

---

Wesentlicher Eingangsparameter für die Simulation der zeitlichen Temperaturentwicklungen in der Schraube beim Feuerverzinkungsprozess ist der effektive Wärmeübergangskoeffizient  $h_{eff}$ . Der Wert des effektiven Wärmeübergangskoeffizienten, der in den Simulationen anzunehmen ist, wird durch Anpassung der in der Simulation berechneten Temperatur-Zeit-Verläufe an die gemessenen Temperatur-Zeit-Verläufe ermittelt. Dabei werden auch indirekte Einflüsse berücksichtigt, die aus einer Änderung des Aggregatzustandes der Zink-Schmelze (z.B. kurzzeitige Erstarrung der Zinkschmelze an der Oberfläche) oder einer Flussmittelverdampfung an der Oberfläche (instationäre Veränderung des Wärmeübergangs) hervorgehen.

Der Wärmeübergangskoeffizient beschreibt die Intensität des Wärmeübergangs zwischen Fluid und Festkörper. Er ist im Gegensatz zur Wärmeleitfähigkeit und zur spezifischen Wärmekapazität keine Materialeigenschaft und beschreibt im vorliegenden Fall die Eigenschaften an der Grenzfläche zwischen Zinkschmelze und Schraubenwerkstoff. Wie aus (6.1) ersichtlich ist, hängt der Wärmeübergangskoeffizient  $h$  neben dem Wärmestrom ( $\dot{Q}$ ) auch von der Temperaturdifferenz an der Grenzfläche zwischen Schraubenoberfläche ( $T_{Ober}$ ) und Zinkschmelze Temperatur

( $T_{\text{zink}}$ ) und der Größe der benetzten Oberfläche ( $A$ ) ab.

$$h = \frac{\dot{Q}}{A (T_{\text{Zink}} - T_{\text{Ober}})} \quad (6.1)$$

Hier wird systematisch die Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten von diesen Variablen untersucht.

Die Versuche aus 5.6 wurden unter der Annahme verschiedener Wärmeübergangskoeffizienten simuliert. Aus den erhaltenen Daten wurden die Temperaturen für die Stellen ermittelt, an denen im realen Versuch die Temperaturen gemessen wurden. Durch den Vergleich der simulierten mit den gemessenen Temperaturen konnten die angenommenen Wärmeübergangskoeffizienten iterativ so lange variiert werden, bis sich die Simulationsergebnisse mit dem praktischen Versuch deckten. Die so erhaltenen effektiven Wärmeübergangskoeffizienten wurden dann für die weiteren Rechnungen verwendet (Bild 39).

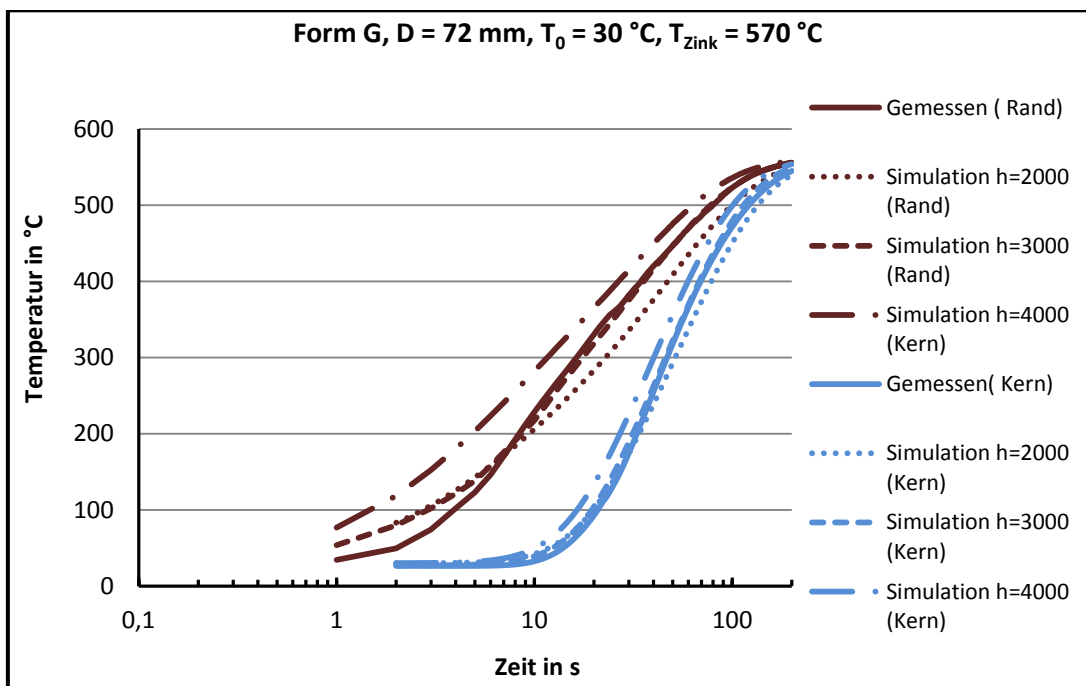


Bild 39: Vergleich der gemessenen Temperaturen mit den Ergebnissen der Simulation an den drei Messstellen, exemplarisch dargestellt für die HT-Verzinkung von Proben der Form G mit Durchmesser 72mm. Für die Simulation wurden jeweils drei verschiedene Wärmeübergangskoeffizienten angenommen. Bei der Annahme eines konstanten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten von  $3000 \text{ W/m}^2\text{K}$  stimmen Simulation und Messung am Rand der Probe außer in den ersten 10 Sekunden relativ gut überein. Bei diesen Simulationen wurde der Eintauchvorgang nicht simuliert.

### 6.1.1 Wirkung der Probenform

Der Wärmeübergangskoeffizient ist abhängig von der Größe der Kontaktfläche zwischen Schraube und Zinkschmelze. Diese ändert sich bei Veränderung der Probenform und des Durchmessers der Proben. Die Schraube weist drei charakteristische geometrische Bereiche auf (Kopf, Schaft und Gewinde, Bild 35). Um den Einfluss der Geometrie auf den Wärmeübergangskoeffizienten zu bestimmen, wurde die gemessene zeitliche Temperaturänderung an Proben unterschiedlicher Geometrie mit der jeweiligen errechneten Temperatur verglichen und eine relativ gute Näherung für den (effektiven) Wärmeübergangskoeffizienten empirisch bestimmt (Bild 39).

Bei den genauen Simulationen wird offensichtlich, dass der Wärmeübergangskoeffizient von der Zeit abhängt. Die mit konstantem Wärmeübergangskoeffizienten (stationärer Wärmeübergangskoeffizient) simulierten Temperaturen weichen vor allem in den ersten zehn Sekunden von den Messungen ab (Bild 40). Das könnte zu einer Überschätzung bzw. Unterschätzung der induzierten Spannungen führen.

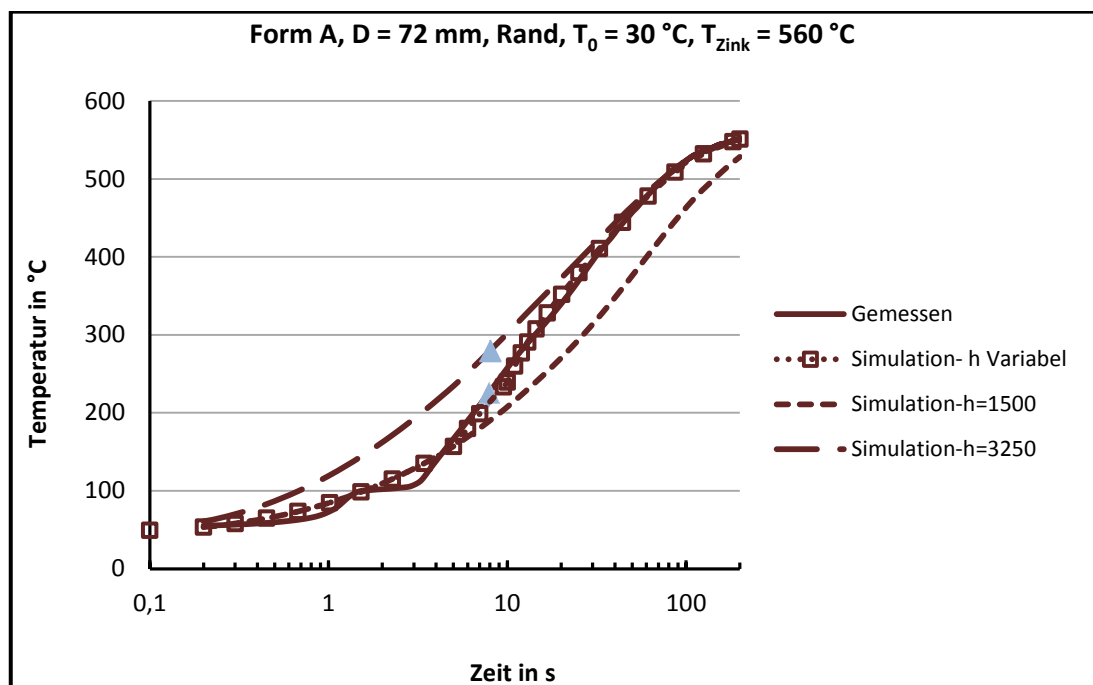


Bild 40: Bei den genauen Simulationen wurde der Eintauchvorgang durch einen zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten berücksichtigt. Dadurch wird der Temperaturverlauf noch realistischer nachgebildet als bei Simulationen mit konstantem Wärmeübergangskoeffizienten.

Die durchgeführten Simulationen mit einem konstanten Wert für den Wärmeübergangskoeffizienten von  $h_{\text{eff}}=3250\text{ W/m}^2\text{K}$  bilden die gemessenen Temperaturen ab dem Zeitpunkt von 50 Sekunden sehr gut nach. In den ersten 8 Sekunden liegen die errechneten Temperaturen jedoch deutlich über den Messwerten. So wurden z.B. nach 8 Sekunden am Rand der Probe der Form A  $214\text{ °C}$  gemessen, während die Simulation einen Wert von  $279\text{ °C}$  ergibt. Dies entspricht einem Temperaturüberschuss von 30%, der durch die Dreiecke in Bild 40 markiert ist.

Dagegen bildet die Simulation mit einem konstanten Wärmeübergangskoeffizienten von  $h_{\text{eff}}=1500\text{ W/m}^2\text{K}$  den gemessenen Temperaturverlauf in den ersten 5 Sekunden deutlich besser ab. Mit der Zeit wird aber die Differenz zwischen Messung und Simulationsergebnis immer größer. Nach 40 Sekunden ermittelt die Simulation z.B.  $345\text{ °C}$ , es wurden allerdings  $428\text{ °C}$

gemessen, was einem Temperaturunterschied von 24% entspricht. Um Abhilfe zu schaffen, wurde ein zeitabhängiger Wärmeübergangskoeffizient eingeführt.

Die Simulation, die sehr gut den zeitlichen Verlauf der gemessenen Temperaturen für Proben der Form A mit dem Durchmesser 72 mm nachbildete (durchgezogene Linie in Bild 40), wurde mit drei verschiedenen Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt. In den ersten 5 Sekunden wird ein effektiver Wärmeübergangskoeffizient von 1500 W/m<sup>2</sup>K angenommen. Für weitere 5 Sekunden beträgt der Wärmeübergangskoeffizient 2250 W/m<sup>2</sup>K und für die verbleibende Zeit 3250 W/m<sup>2</sup>K. Für Proben der Form G und K war die Annahme von zwei Stufen ausreichend, um eine Abweichung zwischen den gemessenen und simulierten Temperaturen von weniger als 7% zu erreichen. Diese Abweichung ist damit fast so groß wie die Messunsicherheiten bei der Temperaturmessung für die gesamte Verzinkungsdauer zwischen Messung und Simulation. Die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten sind in den ersten Sekunden kleiner und werden im Laufe des Feuerverzinkungsprozesses größer (Bild 41). Die zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten der verschiedenen Probenformen sind exemplarisch für einen Probendurchmesser von 72 mm in Bild 41 dargestellt.

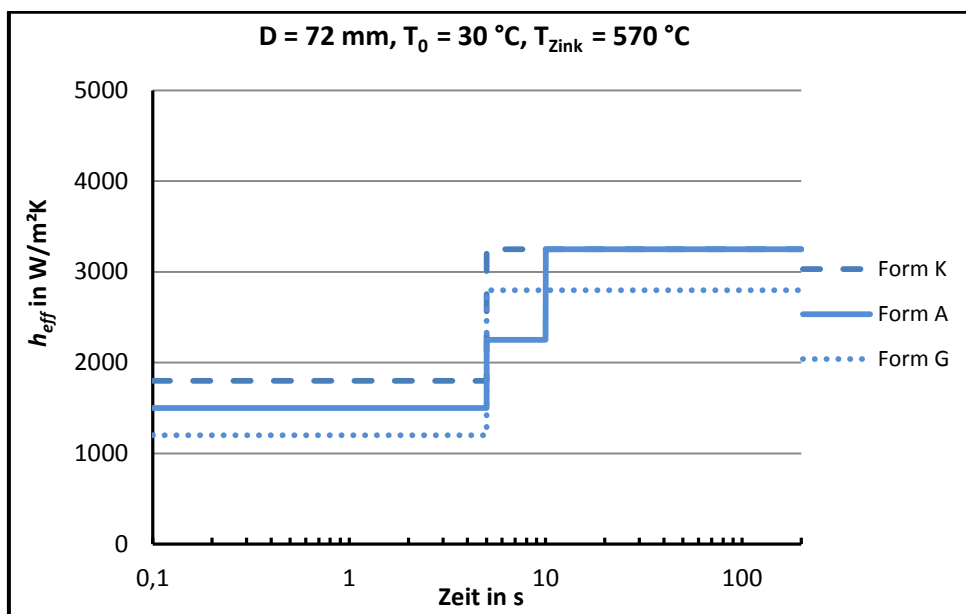


Bild 41: Die angenommenen zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten für die verschiedenen Probengeometrien.

Die stufenförmige Zunahme der Wärmeübergangskoeffizienten könnte verschiedene Gründe haben. Sie kann auf eine Änderung des Aggregatzustands der Zink-Schmelze (z.B. kurzzeitige Erstarrung der Zinkschmelze an der Schraubenoberfläche) oder eine Flussmittelverdampfung an der Oberfläche (instationäre Veränderung des Wärmeübergangs) zurückgehen. Die sprunghafte Änderung der Wärmeübergangskoeffizienten kann auch durch den Versuchsaufbau verursacht werden. Bei der Temperaturmessung wird die Probe, bedingt durch den Messaufbau, langsam in die Zinkschmelze getaucht, um einen direkten Kontakt der flüssigen Zinkschmelze mit den Thermoelementen zu verhindern. Die Zeit bis zum vollständigen Eintauchen in die Zinkschmelze beträgt  $(8 \pm 2) \text{ s}$ . Solange sich die Position des Thermoelements oberhalb der Zinkschmelze befindet, beruht die gemessene zeitliche Temperaturänderung (Temperaturanstieg) bei dem



Thermoelement direkt unter der Schraubenoberfläche (Messstelle „Rand“ in Bild 36) hauptsächlich auf Konvektion der aufsteigenden Heißluft aus der Zinkschmelze und Wärmestrahlung der Zinkschmelze. Die Wärmeleitung aus den bereits eingetauchten Bereichen der Schraube ist vergleichsweise träge und daher zu vernachlässigen. Sobald sich die Messstelle nach dem weiteren Eintauchen innerhalb der Zinkschmelze befindet, steigt die Temperatur signifikant schneller, weil der effektive Wärmeübergangskoeffizient  $h_{eff}$  in der Zinkschmelze sehr viel höher ist. Durch Wärmeleitung kann die Wärme jetzt auf sehr kurzem Wege und in kurzer Zeit zum Thermoelement vordringen.

Um diese Effekte aus dem Eintauchvorgang in der Simulation zu berücksichtigen, wäre eine volltransiente Rechnung erforderlich. Diese wurde vergleichend durchgeführt. Für die Simulation wurde die Randbedingung an der Manteloberfläche des Zylinders (Probe A Bild 35) erst nach 10 Sekunden kontinuierlich von unten nach oben (Tauchvorgang Bild 35) aktiviert. Im Ergebnis werden in den ersten Sekunden deutlich kleinere Temperaturwerten für die Messstellen errechnet, als tatsächlich in den Experimenten gemessen (Bild 42).

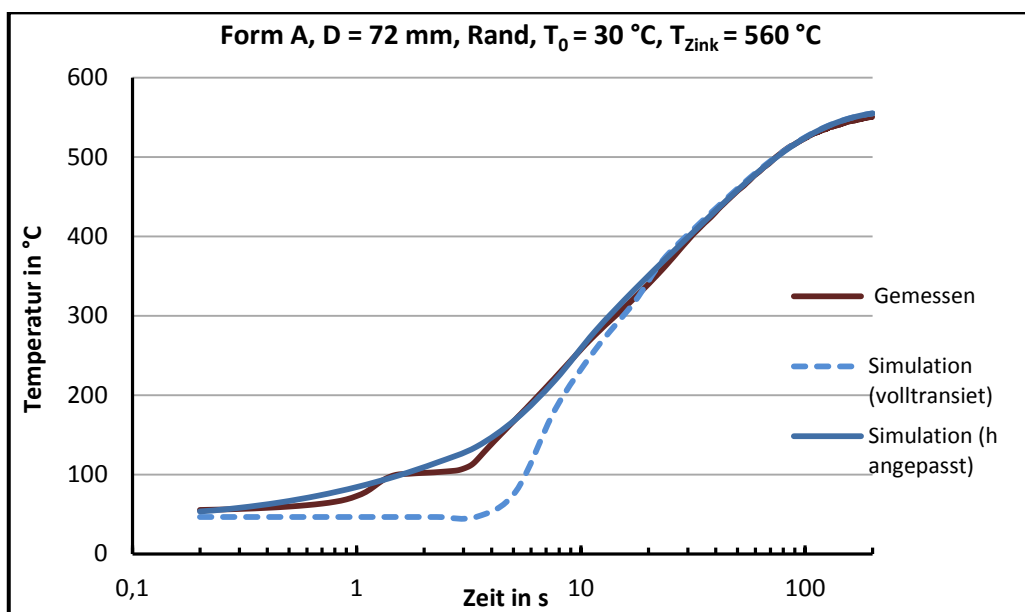


Bild 42: Vergleich zwischen Temperaturentwicklungen von Experiment und Simulationen am Rand der Probe

Um bei einer volltransienten Rechnung realistische Ergebnisse zu bekommen, reicht offenbar eine einfache Abbildung des Eintauchens durch die zeitliche Änderung der Randbedingungen nicht aus. Um realistische Ergebnisse zu erhalten, müssen außer dem Tauchvorgang noch Konvektion und Strahlung als Randbedingungen der Wärmeleitungsgleichung berücksichtigt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden keine zusätzlichen Experimente zur Bestimmung des Anteils von Konvektion und Strahlung am Wärmetransport während des Eintauchens durchgeführt.

Für die Zielstellung dieser Arbeit war es ausreichend, den Tauchvorgang durch die Annahme zeitabhängiger, stufenförmig veränderlicher Wärmeübergangskoeffizienten zu simulieren. Das entsprechende Vorgehen wurde oben beschrieben. Es ist zu beachten, dass die zeitabhängigen, stufenförmig veränderlichen Wärmeübergangskoeffizienten (Randbedingung) nur für die Mantelfläche der Proben gültig sind. Auf den eingetauchten Stirnseiten der Proben, die während des Verzinkens zuerst mit der Zinkschmelze in Kontakt kommen, lieferte die Simulation mit

konstantem Wärmeübergangskoeffizienten die beste Übereinstimmung von errechnetem und gemessenem Temperaturverlauf. Folglich wurde der Wärmeübergangskoeffizient für die Stirnseite im Folgenden als konstant angenommen. Er ist jeweils genauso groß wie der Wärmeübergangskoeffizient, der während der Hauptzeit des Verzinkens (also die Zeit, während der die Probe vollständig in der Zinkschmelze eingetaucht ist) für den Rest der Oberfläche angenommen wird.

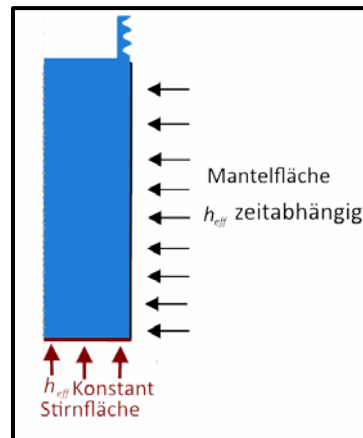


Bild 43: Schematische Darstellung der Randbedingungen beim Feuerverzinken.

Der Vergleich der Ergebnisse der durchgeführten Simulationen mit den Messergebnissen bestätigt obige Annahme. Die Simulationen, die mit den in Bild 43 dargestellten Randbedingungen (Wärmeübergangskoeffizient Stirnfläche konstant, Wärmeübergangskoeffizient Mantelfläche zeitabhängig) durchgeführt wurden, lieferten eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Temperaturverläufen. Dies gilt sowohl für den Rand- als auch den Kernbereich.

Die Simulationen, die mit zeitabhängigen Randbedingungen an der Mantelfläche und der Stirnfläche (also für die gesamte Kontaktfläche) der Proben durchgeführt wurden, lieferten ebenfalls gute Ergebnisse für den Randbereich der Proben (Bild 44). Im Kernbereich der Proben konnte die zeitliche Temperaturentwicklung jedoch nicht hinreichend genau simuliert werden (Bild 45).

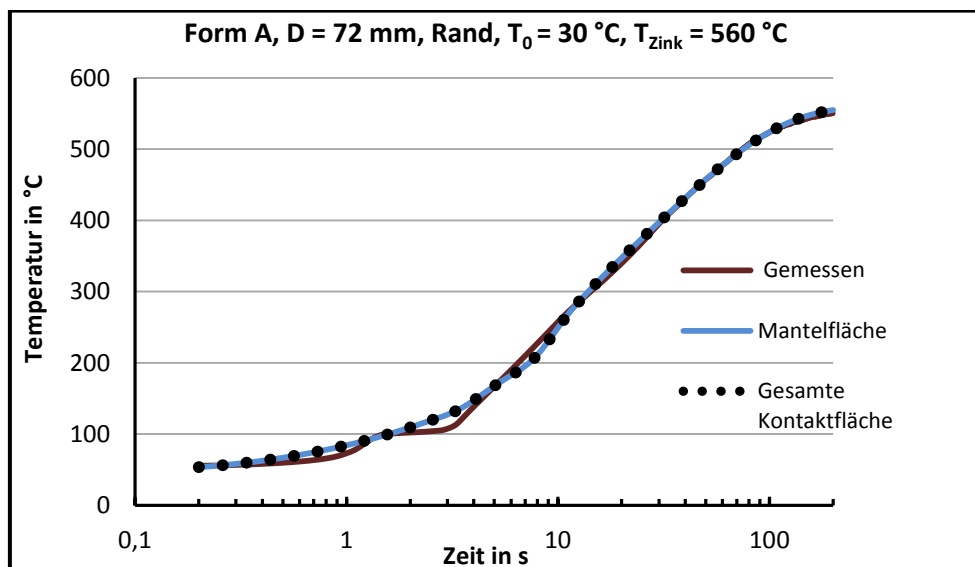


Bild 44: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklungen am Randbereich der Probe (Simulation und Versuch).

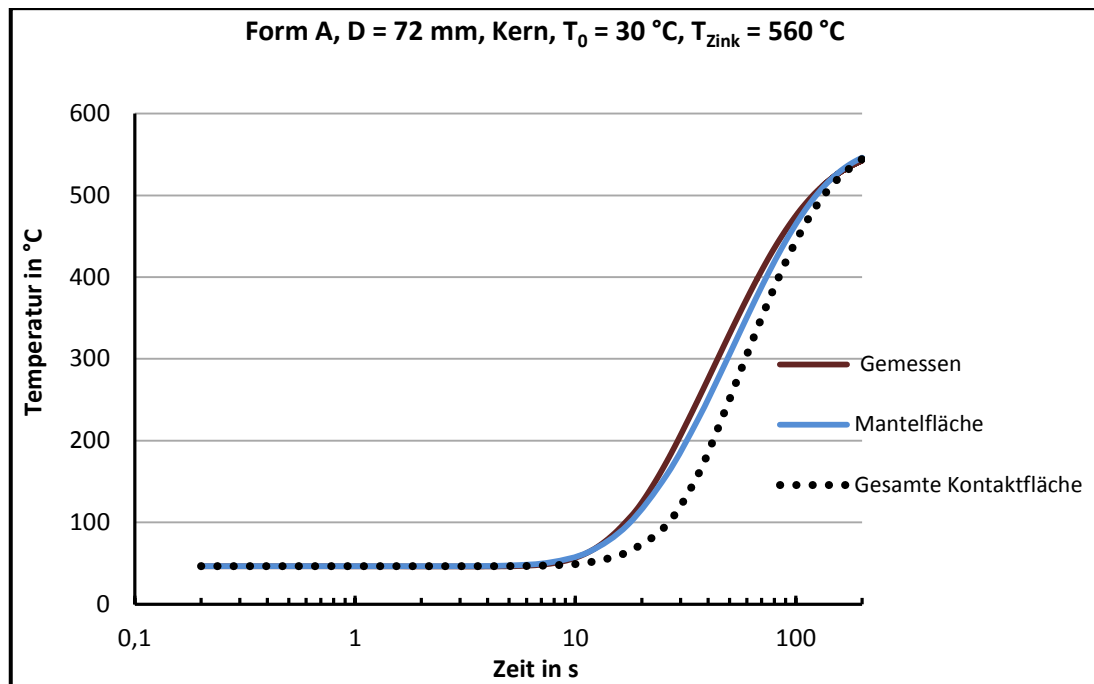


Bild 45: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklungen am Kernbereich der Probe (Simulation und Versuch).

Die Temperatur des Kerns der Probe steigt bei diesem Modell langsamer als im Versuch. Ursache ist, dass die Stirnfläche gleich zu Beginn der Simulation in die Zinkschmelze eingetaucht wird und während der gesamten Versuchsdauer mit flüssigem Zink in Kontakt steht. Somit wird hier von Beginn an Wärme übertragen, die in den Kern weitergeleitet wird. Um Simulation und Versuchvergleichbar zu machen, muss hier für die gesamte Simulationsdauer der höhere Wärmeübergangskoeffizient als Mantelfläche angenommen werden. Somit wird in der Simulation mehr Wärme pro Zeiteinheit in den Kern geleitet, sodass sich dieser langsamer erwärmt.

Folglich wurden in dieser Arbeit alle Simulationen mit den Randbedingungen des Modells mit zeitabhängigem Wärmeübergangskoeffizienten am Mantel der Proben und zeitlich konstantem Wärmeübergangskoeffizient an der Stirnfläche der Proben durchgeführt.

### 6.1.2 Wirkung des Probendurchmessers

Überdies wurde die Abhängigkeit der effektiven Wärmeübergangskoeffizienten von der Kontaktfläche untersucht. Dazu wurden nach dem gleichen Prinzip wie in 6.1.1 auch für Proben mit deutlich kleinerem Durchmesser ( $D=36\text{ mm}$ ) passende effektive Wärmeübergangskoeffizienten durch den Vergleich von Messergebnissen mit den Ergebnissen der FEM-Simulation bestimmt (Bild 46).

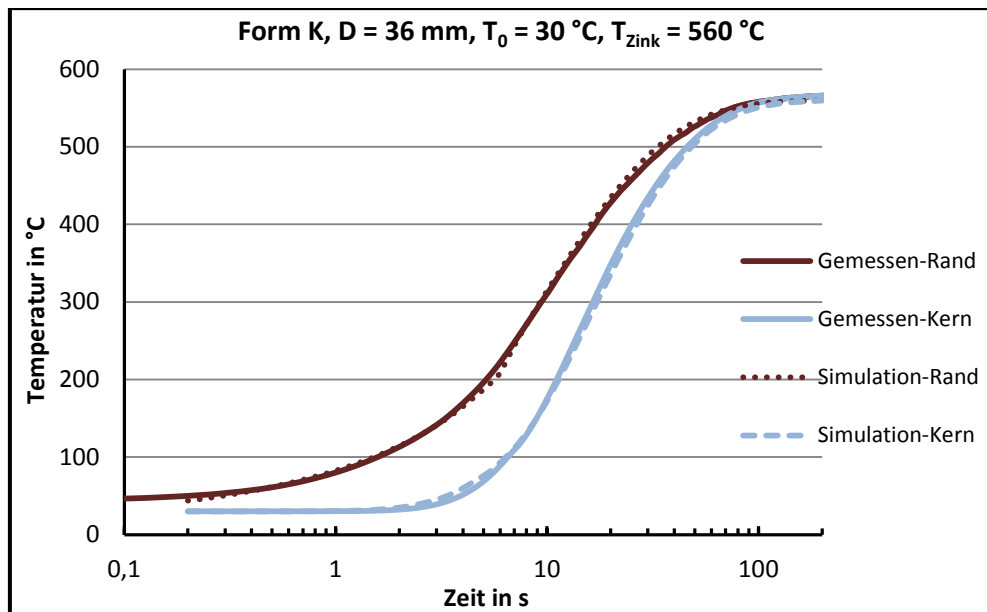


Bild 46: Die errechneten und gemessene Temperaturverläufe. Die Simulationen wurden mit zeitabhängigem, stufenförmig veränderlichem Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt. Dadurch wird der Eintauchvorgang bei der Temperaturmessung hinreichend genau simuliert.

Die errechneten Wärmeübergangskoeffizienten sind auch für diese Proben zeitabhängig und nehmen im Laufe des Feuerverzinkungsprozesses zu. Sie wurden als Treppenfunktion angenommen (Bild 47). Die hiermit simulierten Temperatur-Zeit-Verläufe bilden die gemessenen Temperaturen sehr gut ab (Bild 46). Dies gilt insbesondere für den Eintauchvorgang zu Beginn des Feuerverzinkens. Also kann auch für die kleinsten im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Durchmesser der relativ langsame Eintauchvorgang bei der Temperaturmessung durch die Annahme eines zeitabhängigen, stufenförmigen effektiven Wärmeübergangskoeffizienten hinreichend genau simuliert werden. Allerdings genügte es im Fall der kleinere Proben (Durchmesser 36 mm) bei allen Probenformen, zwei Stufen für den Wärmeübergangskoeffizienten anzunehmen, damit die maximale Temperaturdifferenz zwischen Simulation und Rechnung zu keinem Zeitpunkt die 7% überstieg und somit fast so groß wie Messunsicherheiten bei der Temperaturmessung über gesamte Verzinkungsdauer.

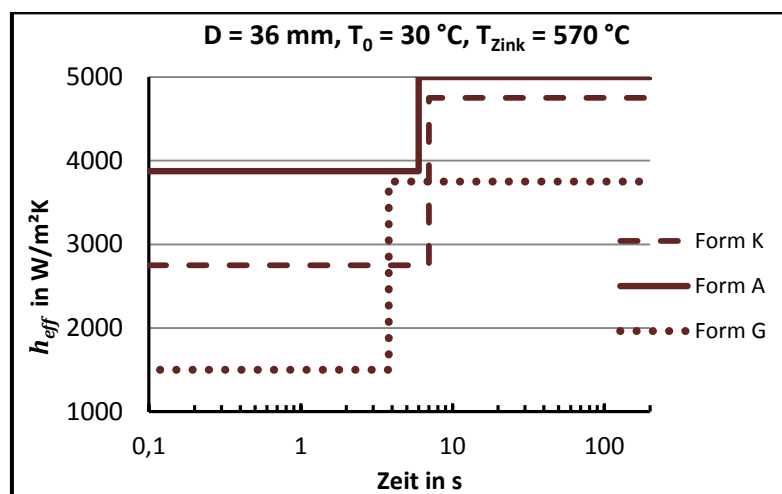


Bild 47: Die grafische Darstellung der Zeitabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten. Alle drei Modelle sehen einen Wärmeübergangskoeffizienten vor, der mit der Zeit ansteigt.

Generell mussten für die Proben mit Durchmesser 36 mm höhere effektive Wärmeübergangskoeffizienten in der Simulation angesetzt werden. Nur so wurden auch in der Simulation zu den entsprechenden Zeitpunkten die gleichen Temperaturen wie im Versuch erreicht. Der Grund für den größeren Wärmeübergangskoeffizienten beim HT-Feuerverzinken der kleineren Proben könnte in der kleineren Kontaktfläche zwischen Proben und Zinkschmelze liegen. Außerdem ist auf Grund ihrer kleineren Massen die Aufheizrate der Proben mit 36 mm Durchmesser deutlich größer als bei Proben mit 72 mm Durchmesser (Bild 48).

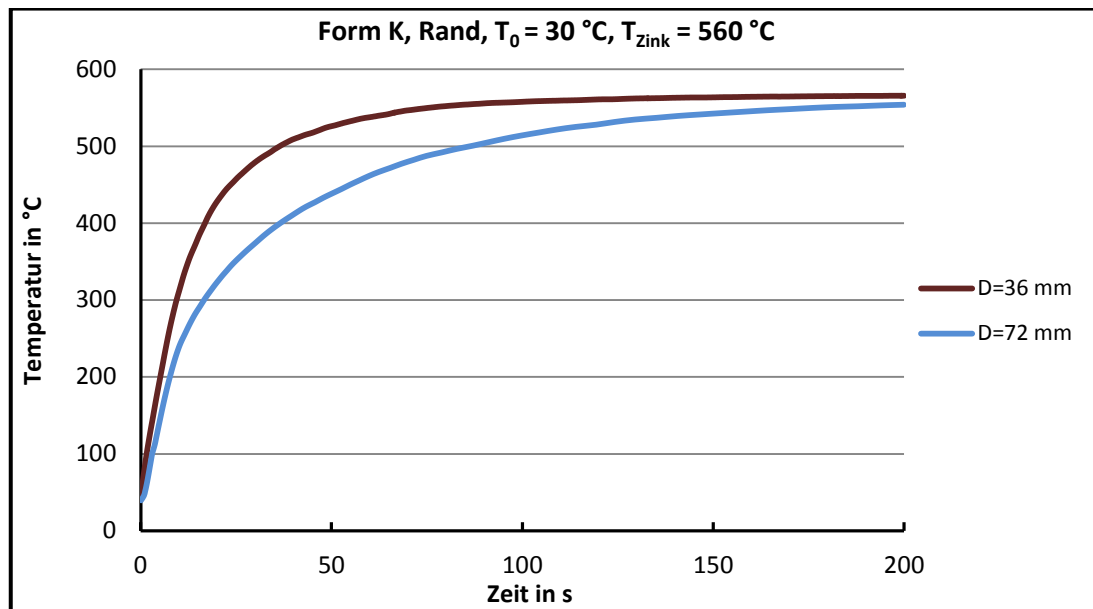


Bild 48: Vergleich zwischen der zeitlichen Temperaturentwicklung an den Rändern von Proben mit unterschiedlichen Durchmessern.

Die berechneten Werte für die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten  $h_{\text{eff}}$  sind in Tabelle 9 aufgeführt. Es werden die Werte dargestellt, die während des Verzinkens (ohne Eintauchen) gelten. Die zunächst geringeren Wärmeübergangskoeffizienten, die zu Beginn des Verzinkens angenommen werden, um den Eintauchvorgang zu berücksichtigen, sind nicht dargestellt.

Tabelle 9: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden nach Beginn des Verzinkungsvorgangs bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden ohne Vorwärmen HT-verzinkt.

Probenform	Durchmesser in mm	
	36	72
	Wärmeübergangskoeffizienten in $\text{W/m}^2\text{ K}$	
K	4750	3250
A	5000	3250
G	3750	2800

Die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten für die Probenformen A und K liegen auf ähnlichem Niveau. Bei den Proben der Form G sind die Wärmeübergangskoeffizienten hingegen kleiner. Das kann durch verschiedene Gründe hervorgerufen werden. Zum einen besteht die Möglichkeit,

dass beim Eintauchen der Probe mehr Zink im nachgebildeten Schraubengewinde erstarrt. Aus diesem Grund wird weniger Wärmeenergie in die Probe übertragen. Da hier die Temperatur direkt unter der Oberfläche gemessen wird, würde ein langsamerer Temperaturanstieg registriert (siehe Bild 49). Zum anderen könnte aufgrund des nachgebildeten Schraubengewindes die Konvektion gegenüber den glatten Probenformen behindert sein.

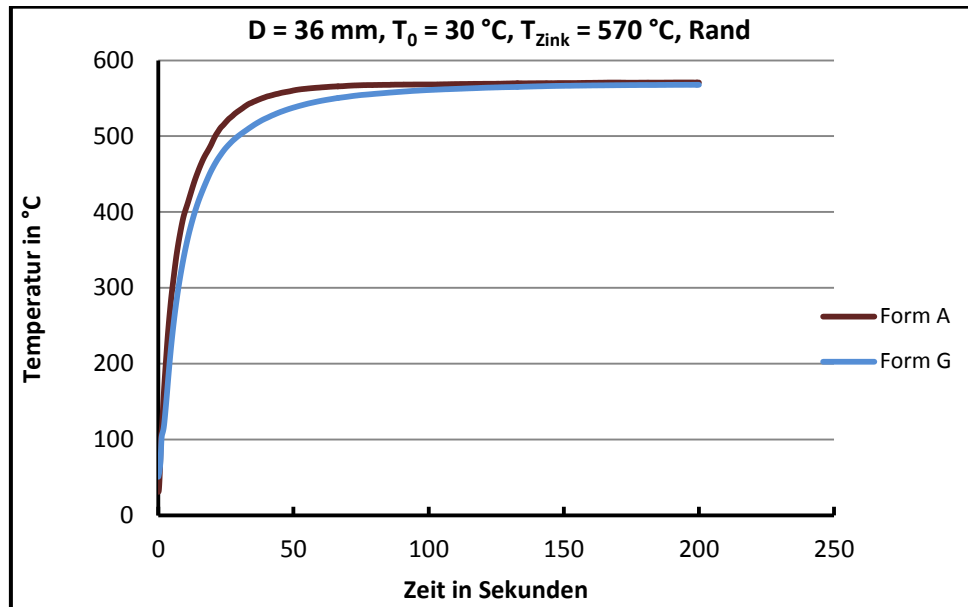


Bild 49: Vergleich zwischen der zeitlichen Temperaturentwicklung an den Rändern von Proben mit unterschiedlichen Formen.

Die beim Verzinken induzierten thermischen Spannungen sind abhängig von der Temperaturdifferenz zwischen Schraube und Zinkschmelze. Die thermische Ausdehnung nimmt mit kleiner werdender Temperaturdifferenz zwischen Zinkschmelze und Schraube ab und die daraus resultierenden Spannungen in den Schrauben werden verringert. Theoretisch sollten daher in Schrauben, die vor dem Eintauchen in die Zinkschmelze auf die Temperatur dieser vorgeheizt werden, keine Spannungen induziert werden. Hierdurch sollte sich das Risiko einer LMAC drastisch reduzieren. Aus technischen Gründen ist es aber nicht möglich, die Schraube auf derart hohe Temperaturen vorzuwärmen. Derzeit können die Schrauben bis auf maximal  $250\text{ °C}$  vorgewärmt werden. Bei höheren Temperaturen wird das getrocknete Flussmittel auf der Schraubenoberfläche zersetzt. Damit verliert es seine Wirksamkeit. Es soll erwähnt werden, dass normale (üblicherweise industriell eingesetzte) Flussmittel nur bis  $200\text{ °C}$  stabil sind [5] und bei höheren Temperaturen verbrennen. Daher wurden die Schrauben im Rahmen dieser Arbeit mit einem speziellen Flussmittel, das bis  $250\text{ °C}$  beständig ist, behandelt. Beim Vorwärmen der Schrauben mit großen Abmessungen kann es mehrere Stunden dauern, bis eine annähernd gleichmäßige Temperatur über dem gesamten Schraubenquerschnitt erreicht wird. Die Anlass-temperatur liegt für eine Schraube der Festigkeitsklasse 10.9 laut [37] bei  $425\text{ °C}$  und somit deutlich höher als die Vorwärmtemperatur. Frühere Untersuchungen haben gezeigt [6- 10], dass die Feuerverzinkung keinen Einfluss auf Zugfestigkeit und Streckgrenze der feuerverzinkten Schrauben hat, obwohl hier Temperaturen oberhalb der Anlass-temperatur, insbesondere in den Randbereichen der Schraube, erreicht werden. Die Verweildauer der Schrauben in der Zinkschmelze beträgt allerdings nur zwei bis drei Minuten. Sie ist somit zu kurz, als dass es zum Wiederanlassen kommen könnte.

Durch Vergleich der gemessenen Temperaturen mit den Simulationsergebnissen wurden, analog dem Vorgehen unter 6.1.1, wieder effektive Wärmeübergangskoeffizienten bestimmt. In Bild 50 sind die Ergebnisse für zwei unterschiedliche Probendurchmesser und alle drei Probenformen aufgeführt.

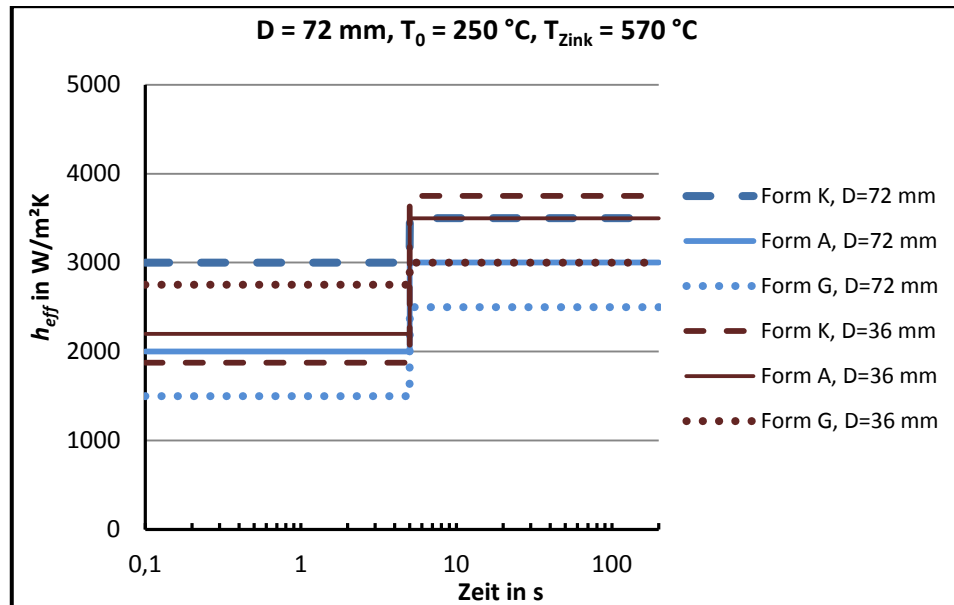


Bild 50: Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten der Proben für zwei unterschiedliche Durchmesser. Die Proben wurden HT-feuerverzinkt und zuvor auf 250 °C vorgewärmt. Der Eintauchvorgang wurde durch die Annahme eines zeitabhängigen, stufenförmigen Wärmeübergangskoeffizienten simuliert.

Bei den Temperaturmessungen wird die Probe, bedingt durch den Messaufbau, langsam in die Zinkschmelze getaucht. Daher wird die Probe zuerst langsamer erwärmt. Sobald die Probe komplett eingetaucht ist, beschleunigt sich die Erwärmung. Daher wurden die Simulationen der Temperaturmessungen mit einem zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt (siehe 6.1.1). Die berechneten Werte für die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten sind in Tabelle 10 angegeben.

Wie in Kapitel 6.1.2 erwähnt, hängt der effektive Wärmeübergangskoeffizient außer von den in der Gleichung (6.1) genannten physikalischen Größen von weiteren Phänomenen wie Schichtbildung und dem Erstarren des Zinkes auf der Schraubenoberfläche beim Eintauchen der Probe ins Zinkbad ab.

Tabelle 10: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden nach Beginn des Verzinkungsvorgangs bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden zuerst auf 250 °C vorgewärmt und danach HT-verzinkt.

Probenform	Durchmesser in mm	
	36	72
	Wärmeübergangskoeffizienten in W/m² K	
K	3750	3500
A	3500	3000
G	3000	2500



Bei dieser Kombination (HT-verzinkt und vorgewärmt) konnten die zeitlichen Verläufe der gemessenen Temperaturen für alle Probenformen mit zwei verschiedenen Wärmeübergangskoeffizienten (zeitabhängige effektive Wärmeübergangskoeffizienten) simuliert werden. Auffällig ist, dass die errechneten Werte nicht gemäß Formel (6.1) mit der Abnahme der Temperaturdifferenz größer werden. Der Wärmeübergangskoeffizient hängt also nicht nur von der Temperaturdifferenz zwischen dem Festkörper und der Flüssigkeit ab, sondern auch vom Wärmestrom  $\dot{Q}$ .

Die hergeleiteten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten für das NT-Verzinken für nicht vorgewärmte Proben sind ebenfalls zeitabhängig. In diesen Fall ist auch in den ersten Sekunden der Wärmestrom kleiner als während des restlichen Feuerverzinkungsprozess.

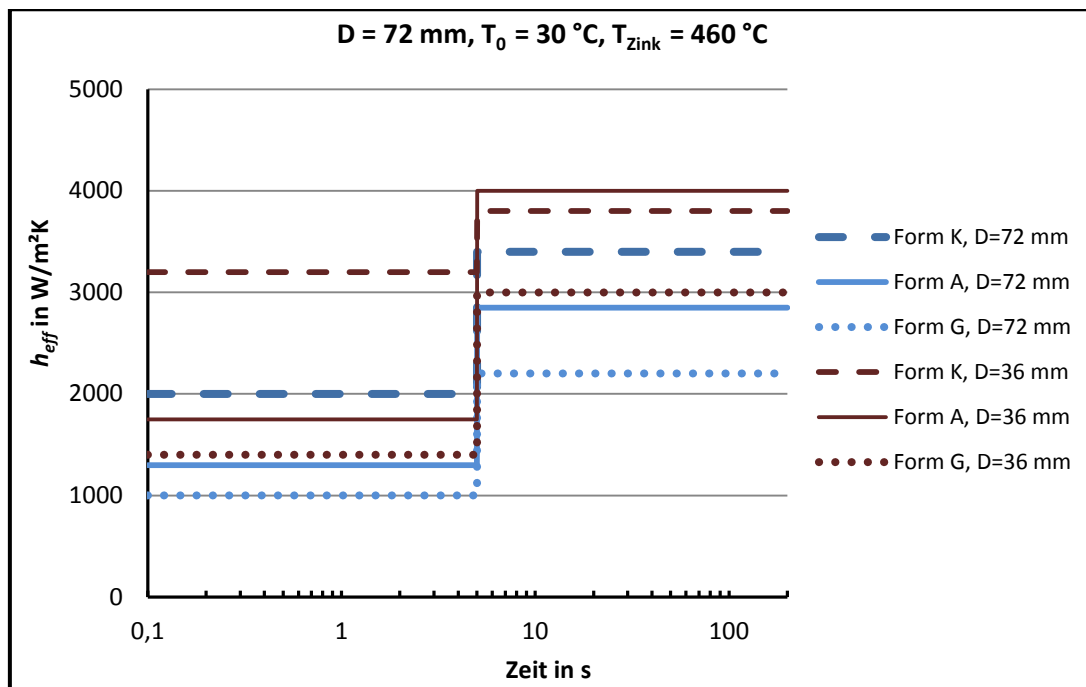


Bild 51: Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten der Proben für zwei unterschiedliche Durchmesser. Die Proben wurden NT-Verzinkt und nicht vorgewärmt.

Bei dieser Kombination (NT-verzinkt und nicht vorgewärmt) konnten die zeitlichen Verläufe der gemessenen Temperaturen für alle Probenformen ebenfalls unter Annahme zweier verschiedener Wärmeübergangskoeffizienten (zeitabhängige effektive Wärmeübergangskoeffizienten) simuliert werden. Die berechneten Werte für  $h_{\text{eff}}$  sind in Tabelle 11 angegeben.

Tabelle 11: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden ohne Vorwärmen NT-verzinkt.

Probenform	Durchmesser in mm	
	36	72
	Wärmeübergangskoeffizienten in W/m² K	
K	3800	3400
A	4000	2850
G	3000	2200

---

Aus den Ergebnissen der Berechnung der effektiven zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten für die unterschiedlichen Parametervariationen und Geometrien (Bild 41, Bild 47, Bild 50 und Bild 51) können folgende Ergebnisse abgeleitet werden:

- Alle Temperaturmessungen wurden mit einer legierten Zinkschmelze der Zinkbadklasse 1 durchgeführt. Ein eventueller Einfluss des Zinkbades würde sich somit gleichermaßen auf alle Versuchsreihen auswirken und braucht nicht separat untersucht zu werden.
- Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten müssen zeitabhängig angenommen werden, um mit der Simulation die Ergebnisse der Messungen abbilden zu können.
- Die zeitlichen Verläufe der gemessenen Temperaturen können für alle Probenformen (außer Probenform A, nicht vorgewärmt und HT-verzinkt) mit hinreichender Genauigkeit durch zwei verschiedene Wärmeübergangskoeffizienten (zeitabhängige effektive Wärmeübergangskoeffizienten) simuliert werden.
- Die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten werden mit der fortschreitenden Zeit des Feuerverzinkungsprozesses größer.
- In der Simulation wurden die Wärmeübergangskoeffizienten daher als Stufenfunktion angenommen, wobei für einen ersten, kürzeren Zeitraum (ungefähr 6 Sekunden) der niedrigere Wert gilt und anschließend für die gesamte restliche Simulationsdauer der höhere Wert.
- Die errechneten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten sind für kleineren Durchmesser höher als für größere Durchmesser. Ursächlich sind die kleinere Oberfläche und die größere Aufheizrate der Proben.
- Der effektive Wärmeübergangskoeffizient der Proben der Form G ist immer kleiner als bei den Formen A und K. Ursächlich ist die kleinere Aufheizrate der Proben der Form G.
- Die Messungen zeigen deutlich, dass der effektive Wärmeübergangskoeffizient  $h_{eff}$  von vier Parametern abhängig ist. Diese Parameter sind Durchmesser, Form, Zinkschmelztemperatur und Anfangstemperatur der Probe (Vorwärmtemperatur).

Mit den ermittelten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten kann die induzierte Spannung in Schrauben mit Durchmessern von 36 mm und 72 mm während des Feuerverzinkens errechnet werden.

Um die induzierten Spannungen in Schrauben mit den Durchmessern 48 mm, 56 mm und 64 mm zu berechnen, werden ebenfalls die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten benötigt. Diese wurden allerdings nicht durch weitere Versuche ermittelt, sondern aus den durchgeführten Versuchen interpoliert (siehe 6.2).

---

## 6.2 Herleitung weiterer Wärmeübergangskoeffizienten aus errechneten Werten

---

Aus den Simulationen und Versuchen zur Temperaturentwicklung ist zu erkennen, dass beim Feuerverzinken der Schrauben der Wärmeübergangskoeffizient abhängig vom Schraubendurchmesser ist (siehe 6.1). Deshalb wurden aus den ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten der Schrauben M36 und M72 der effektive Wärmeübergangskoeffizient  $h_{eff}$  für die zwischen diesen beiden Schraubendurchmessern liegenden Abmessungen M64, M56 und M48 interpoliert. Für

die Grenzdurchmesser  $D=36$  mm und  $D=72$  mm wurden die Spannungssimulationen mit zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt. Diese ergaben sich aus den Experimenten unter 6.1. Allerdings dauerte es bei diesen Experimenten fast 10 Sekunden, bis die Proben vollständig in die Zinkschmelze eingetaucht waren. Dies ist dem Versuchsaufbau geschuldet. Da die Temperaturen mit Thermoelementen gemessen wurden, mussten die Proben im Verzinkungskorb stehen, um die Messleitungen herausführen zu können (Bild 35). Bei den nicht instrumentierten Verzinkungsversuchen lagen die Schrauben im Korb (Bild 23) und wurden innerhalb von 3 bis 5 Sekunden in die Zinkschmelze eingetaucht. Daher wurde zur Interpolation für die anderen Durchmesser angenommen, dass die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten für die gesamte Feuerverzinkungsdauer konstant bleiben ( $h_{eff}$ -konstant) und nicht während der ersten Sekunden kleiner sind als während des restlichen Prozesses.

Um diese Annahme zu validieren, wurden Simulationen sowohl mit zeitlich veränderlichen, als auch mit zeitlich konstantem Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt. Anschließend wurde die zeitliche Spannungsentwicklung in den Schrauben verglichen. Die Simulationen mit konstanten Randbedingung wurden als „h Konstant“ bezeichnet (Bild 52) und die Simulationen mit zeitlichen veränderlichen Wärmeübergangskoeffizienten ( $h_{eff}$ -zeitabhängig) als „h Real“. Als Simulationsfall wurde die HT-Verzinkung für nicht vorgewärmte Schrauben gewählt, weil bei dieser Kombination die höchsten Spannungen in den Schrauben induziert werden. Sie stellt den am kritischsten Fall dar. Für die Simulationen wurden die Schrauben in drei verschiedene Bereiche (Schaft, Kopf und Gewindegang) unterteilt. Zu jedem Bereich wurde der ermittelte effektive Wärmeübergangskoeffizient aus 6.1 zugeordnet. Es wurden jeweils die Spannungen im ersten Gewindegang verglichen, weil dort beim Feuerverzinken die höchsten Spannungen auftreten (Bild 52). Der Grund dafür wird in 6.3 diskutiert.

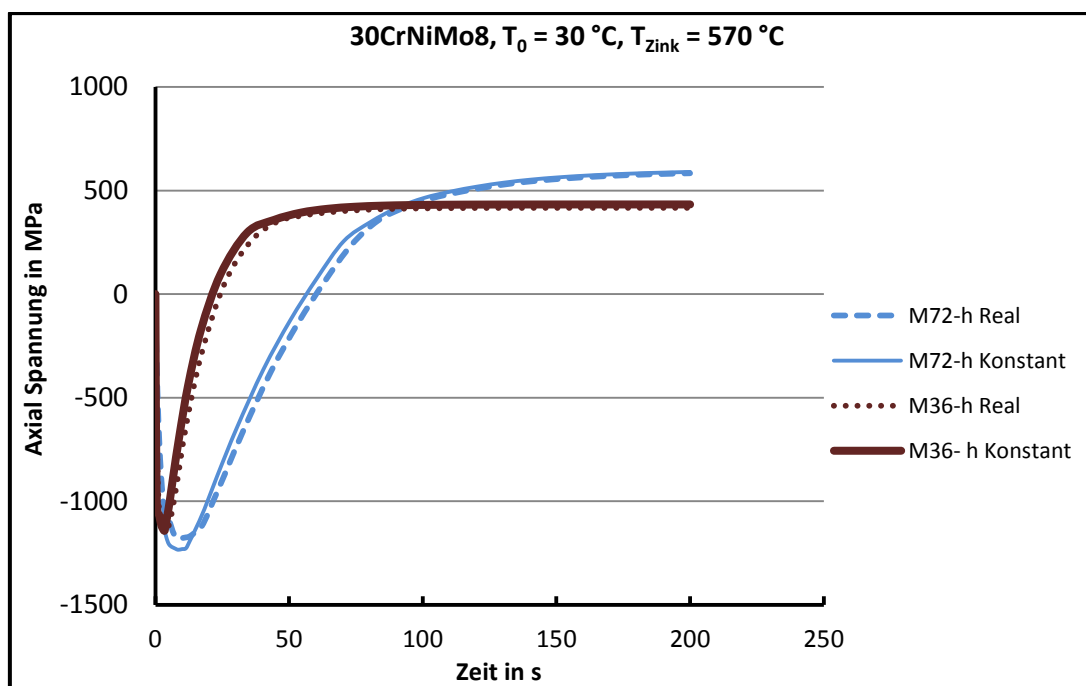


Bild 52: Zeitliche Entwicklung der Axialspannungen im ersten Schraubengewindegang der Schrauben M72 und M36 aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 während des HT-Verzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt, die Spannungen sind für den ersten Gewindegang bestimmt worden. Die Simulationen mit konstanten Randbedingung wurden als „h Konstant“ bezeichnet und die Simulationen mit zeitlichen veränderlichen Wärmeübergangskoeffizienten ( $h_{eff}$ -zeitabhängig) als „h Real“.

Aus dem Vergleich der beiden Simulationen mit unterschiedlichen Randbedingungen (h-Real und h-Konstant) wird weiterhin ersichtlich, dass die zeitlichen Entwicklungen der Axialzugspannungen bei beiden Randbedingungen für die beiden Schraubenabmessungen M36 und M72 nur geringe Abweichungen voneinander aufweisen (Bild 52). Deshalb kann für die folgende Interpolation auf andere Schraubenabmessungen der effektive Wärmeübergangskoeffizient als konstant in der Simulationen angenommen werden. Es ist dann der größere Wert anzunehmen, der nach Abschluss des Eintauchvorgangs gilt.

Es ist zu erwarten, dass die induzierten Spannungen beim Feuerverzinken in M72 Schraube größer als in M36 Schraube ist, obwohl die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten für die Schrauben M36 über denen für die Abmessung M72 lagen. Um diese Annahme überprüfen zu können, wurden für die beiden Grenzabmessungen der Schrauben (M36 und M72) der gleiche Werkstoff (30CrNiMo8) verwendet (Bild 52). Tatsächlich zeigt die rechnerische Analyse der Axialzugspannungen im ersten Gewindegang, dass trotz des höheren Wärmeübergangskoeffizienten die induzierten Zugspannungen in den Schrauben der Abmessung M36 kleiner sind als bei M72.

In einem ersten Ansatz wurde angenommen, dass die Abnahme der Wärmeübergangskoeffizienten mit zunehmendem Schraubendurchmesser linear ist (Bild 53). Damit wurden die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten für die Durchmesser M48, M56 und M64 interpoliert. Die Plausibilität dieser linearen Abhängigkeit wurde in nächsten Schritt durch Spannungs-Simulationen überprüft.

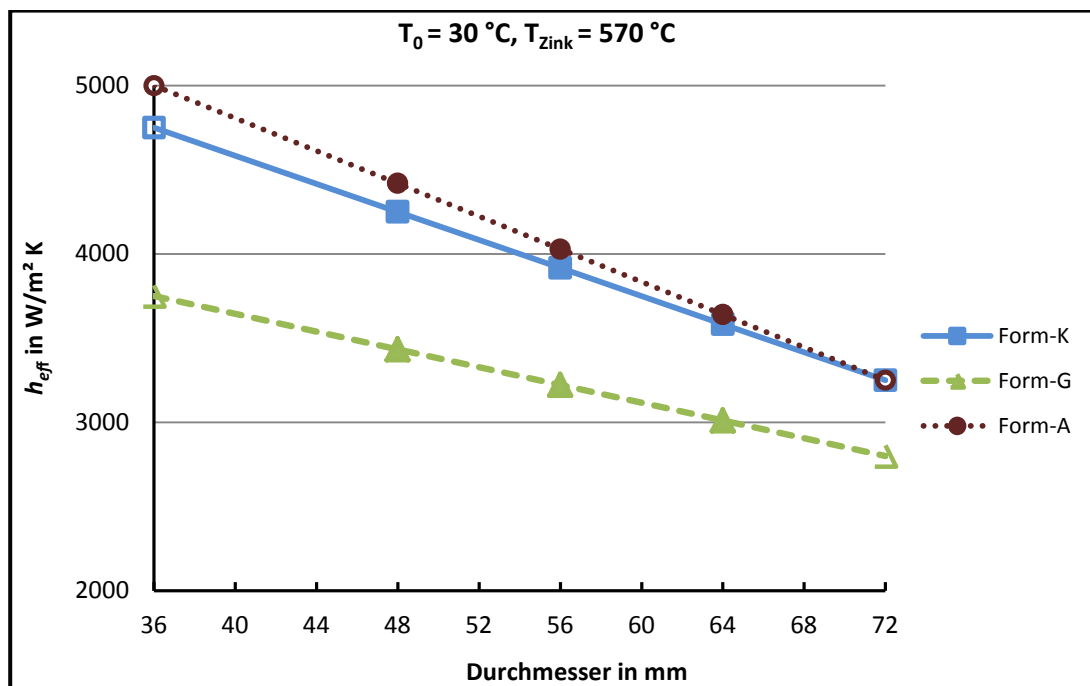


Bild 53: Die interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus ermittelten Werten (nicht ausgefüllte Punkte).

Wie in Kapitel 2 besprochen, existiert eine Grenzspannung für die LMAC. Solange die induzierten Spannungen in der Schraube kleiner sind als diese Grenzspannung, wird kein LMAC-Riss in der Schraube induziert. Beim HT-Verzinken wurden auf Schrauben der Abmessungen M64 und M72 Risse beobachtet. Auf den Schrauben der Abmessung M56 wurden keine Risse festgestellt. Alle drei Schraubenabmessungen (M56, M64 und M72) wurden aus dem Werkstoff 30CrNiMo8

gefertigt. Das bedeutet, dass die induzierten Spannungen beim HT-Verzinken der nicht vorgewärmten Schrauben M64 diese Grenzspannung überschreiten. Hingegen liegen die induzierten Spannungen bei der Abmessung M56 noch unterhalb der Grenze. Es kommt nicht zu LMAC. Durch die Simulationen wurde geprüft, ob die induzierten Spannungen mit den linear interpolierten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten mit den Beobachtungen aus der Rissprüfung übereinstimmen. So wäre z.B. zu erwarten, dass die induzierten Spannungen, die in der Simulation für Schrauben M56 mit dem interpolierten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten errechnet wurden, kleiner sind als für M64. In diesem Fall kann eine lineare Abhängigkeit (fallend) der Wärmeübergangskoeffizienten vom Durchmesser als plausibel angenommen werden. Dazu wurden jeweils die Spannungen im ersten Gewindegang verglichen. Alle Schraubendurchmesser (M36, M48, M56, M64 und M72) wurden mit dem gleichen Werkstoff (30CrNiMo8) simuliert, um die Ergebnisse vergleichen zu können (Bild 54).

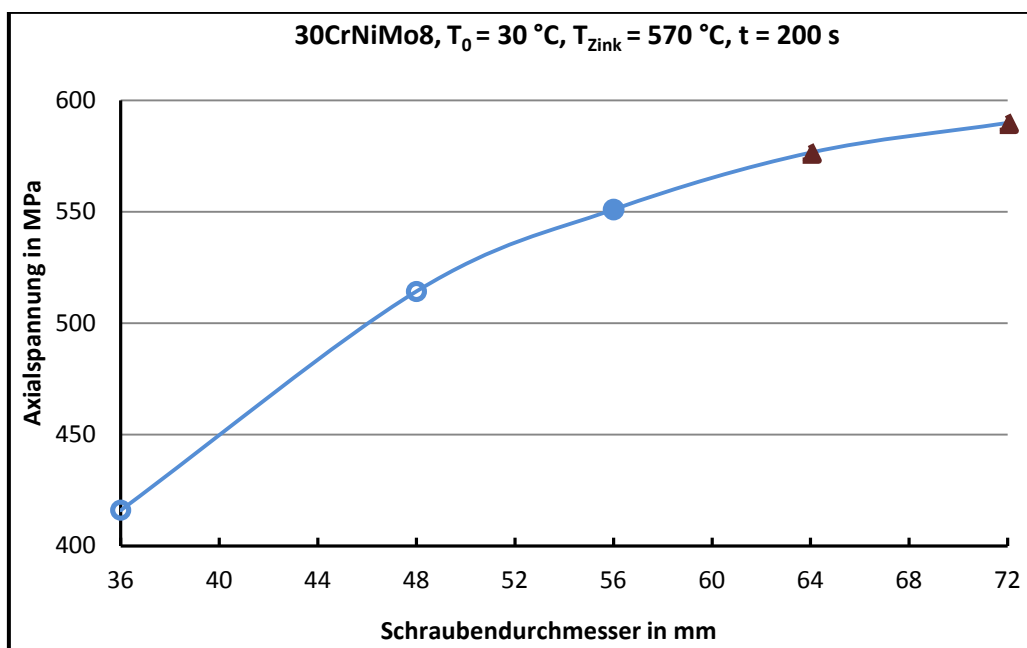


Bild 54: Simulation der thermisch induzierten Spannungen in Schrauben (erster Gewindegang) aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 nach 200 Sekunden. Bei Schrauben mit den Durchmessern 64 mm und 72 mm (mit Dreieck markierte Punkte) wurden Risse beobachtet. Die gelieferten Schrauben M36 und M48 (nicht ausgefüllte Punkte) bestanden nicht aus dem Werkstoff 30CrNiMo8.

Die durchgeführten Simulationen mit den linearen interpolierten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten liefern plausible Ergebnisse. Die induzierten Spannungen steigen mit zunehmendem Durchmesser (Bild 54), obwohl die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten abnehmen. Diese Ergebnisse stimmen sehr gut mit den Ergebnissen der zerstörungsfreien Rissprüfung überein. Würden mit abnehmendem Schraubendurchmesser die berechneten, induzierten Spannungen ansteigen, wäre dies ein Hinweis darauf, dass die angenommene, lineare Interpolation der Wärmeübergangskoeffizienten unzutreffend ist. In diesem Fall würde eine lineare Interpolation nicht ausreichen. Es wären weitere Messwerte erforderlich, um anhand derer die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten für die Abmessungen M48, M56 und M64 zu berechnen. Dazu sollten Messungen an mindestens einem weiteren Schraubendurchmesser durchgeführt werden. Hierzu empfiehlt es sich, den Durchmesser M56 zu wählen, da diese Abmessung in der Mitte zwischen den bereits untersuchten Schraubendurchmessern (M36 und M72) liegt.

Die berechneten induzierten Spannungen in den Schrauben M36 und M48 aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 sind kleiner als bei M56. Das bedeutet, dass die Spannungsgrenze zur Entstehung von LMAC-Rissen nicht überschritten wird. Die Ergebnisse der Simulation unterstützen somit die experimentellen Befunde, dass die rissfreie HT-Verzinkung von Schrauben bis zum Durchmesser M48 (Werkstoff 30CrNiMo8) möglich ist.

Die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten, mit denen letztlich die Simulationen der HT-Verzinkung mit Vorwärmen und der NT-Verzinkung ohne Vorwärmung durchgeführt wurden, sind in Bild 55 und Bild 56 dargestellt.

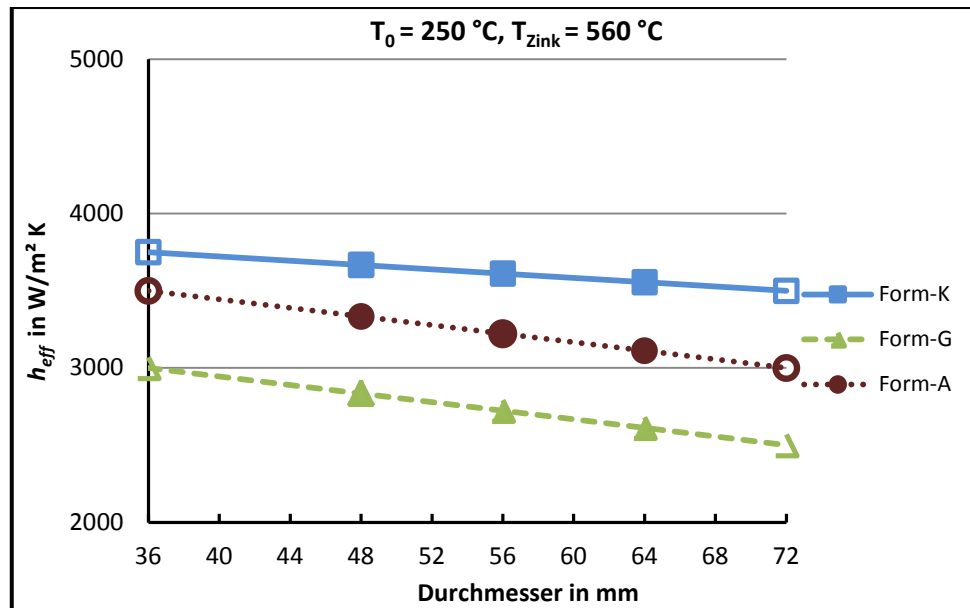


Bild 55: Die linear interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus den in 6.1 ermittelten Werten für die Durchmesser M36 und M72 (nicht ausgefüllte Punkte) für Vorgewärmten HT-Verzinkten Schrauben.

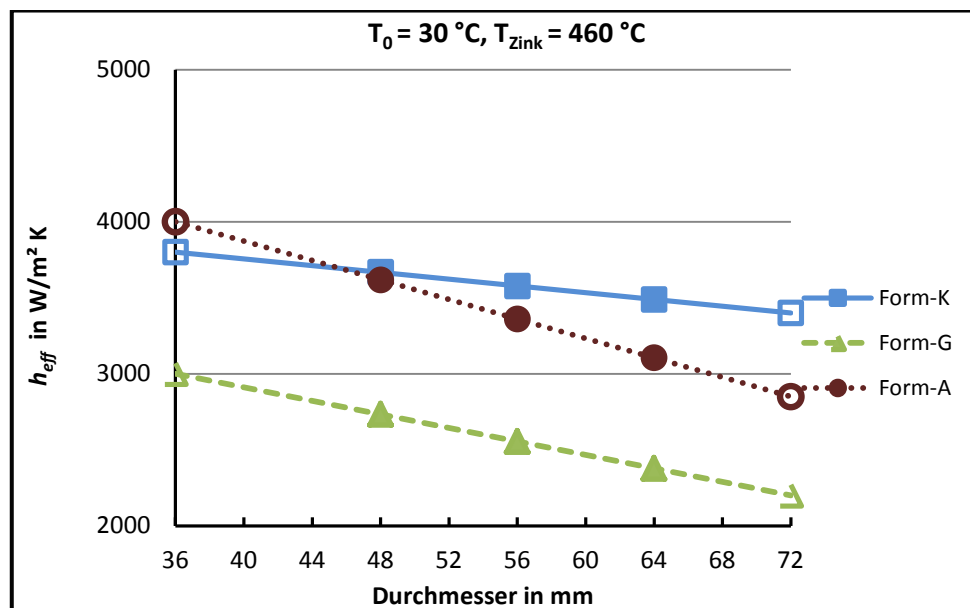


Bild 56: Die linear interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus den in 6.1 ermittelten Werten für die Durchmesser M36 und M72 (nicht ausgefüllte Punkte) für die NT-Verzinkung.

### 6.3 Simulation der thermisch induzierten Spannungen in Schrauben

Nach der Bestimmung der effektiven Wärmeübergangskoeffizienten können die thermischen Spannungen berechnet werden. Aufgrund der Geometrie der Schraube ist grundsätzlich zu erwarten, dass hohe thermische Spannungen in den Schraubengewinden und am Kopf-Schaft-Übergang der Schraube induziert werden (Kerbwirkung).

Die errechneten Spannungen sind in Bild 57 dargestellt. Relevant sind zunächst die axialen Spannungen unmittelbar an der Kerbstelle, da diese hier ihr Maximum erreichen. Zur Einordnung dieser Spannungswerte ist ein Vergleich mit der Beanspruchbarkeit des Werkstoffes erforderlich. Dazu wurden die Werkstoffe in ihren Kennwerten bei verschiedenen Temperaturen charakterisiert (Bild 33, Bild 34). An ausgewähltem Punkt sind in dem Diagramm (Bild 57) die zu den jeweiligen Zeiten (Sekunden nach dem Eintauchen) erreichten Temperaturen mit eingezeichnet.

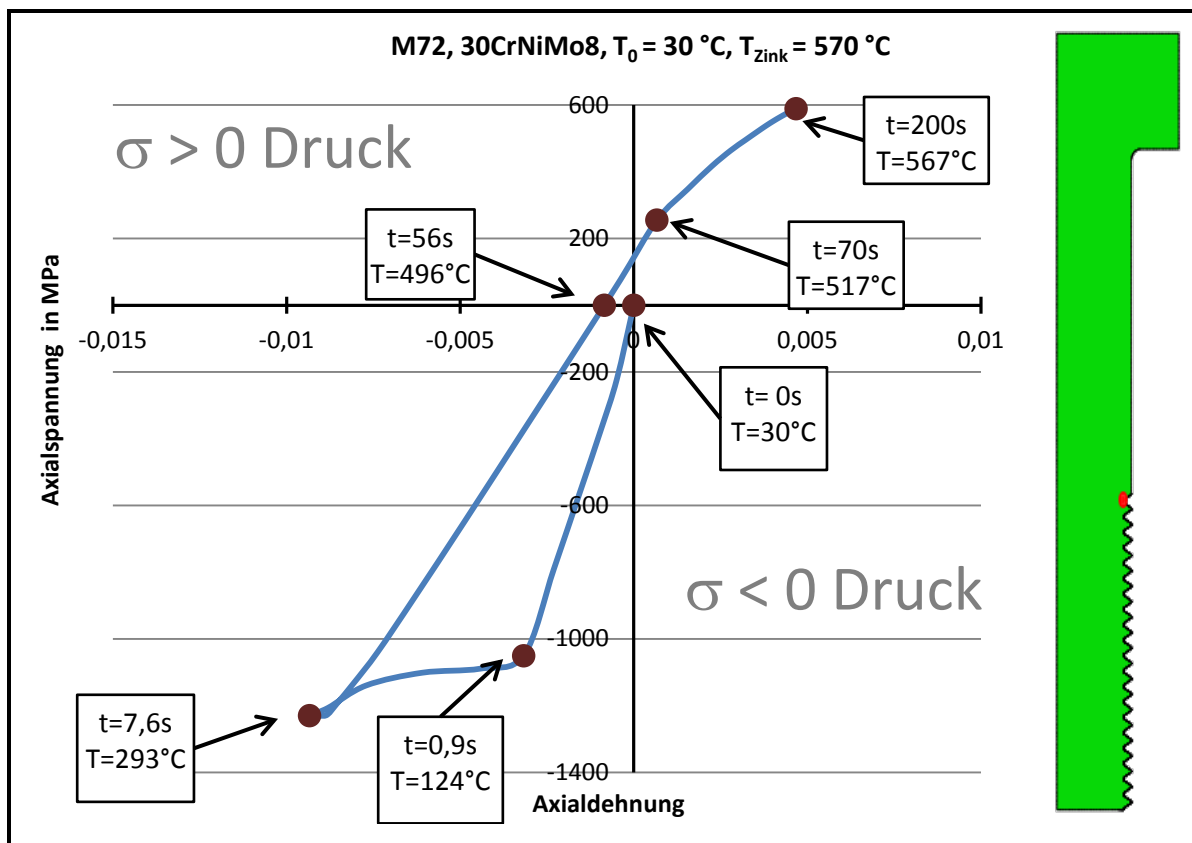


Bild 57: Simuliertes Spannungs-Dehnungs-Diagramm im Gewindegrund des Gewindeauslaufs beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen. Die Schraube wird sehr schnell in die Zinkschmelze eingetaucht (3 bis 5 Sekunden). Im Diagramm sind Einzelwerte angegeben, die zu verschiedenen Zeitpunkten an der rot markierten Stelle bestimmt wurden.

Die Simulation für das HT-Verzinken beginnt bei einer Anfangstemperatur der Probe von  $30^\circ\text{C}$  ( $t=0$  s). Die Temperatur der Zinkschmelze beträgt während der gesamten Simulation konstant  $570^\circ\text{C}$ . Da sich zunächst die Randbereiche erwärmen und entsprechend ausdehnen, hierin aber vom noch kälteren Kern behindert werden, kommt es zu hohen Druckspannungen im Gewindegrund der Schraube. Bereits nach 0,9 s wird lokal die Druckfließgrenze überschritten und der Gewindegrund der Schraube wird plastisch deformiert (Bild 34). Nach 7,6 Sekunden nimmt, aufgrund der Durchwärmung des Kerns, die Druckbeanspruchung im Gewindegrund wieder ab,



bis sie nach 56 Sekunden komplett abgebaut ist. Dennoch hat die Schraubenoberfläche zu diesem Zeitpunkt noch nicht die Temperatur der Zinkschmelze erreicht. Mit der zunehmenden Temperatur dehnt sich die Schraube weiter und die vormals vorhandenen Druckspannungen im Gewindegrund gehen in Zugspannungen über. Dies ist möglich, weil der Gewindegrund zuerst durch Druckspannungen plastisch deformiert wurde und durch die thermische Ausdehnung wieder auf seine Ausgangslänge „gezogen“ wird. Nach 70 Sekunden wird der Gewindegrund dann aufgrund der hohen Zugspannungen erneut plastisch deformiert. Diese Deformation ist der anfänglichen entgegengerichtet. In diesem Moment beträgt die Temperatur an der Schraubenoberfläche 517 °C. Normalerweise würden die Zugspannungen im Randbereich aufgrund ihrer Höhe nicht ausreichen, die Zugfließgrenze des Werkstoffs 30CrNiMo8 bei dieser Temperatur (rund 580 MPa) zu überschreiten und es käme zu keiner plastischen Verformung. Wegen der vorhergehenden plastischen Deformation und des Bauschinger-Effekts liegt die Fließgrenze aber nun schon bei rund 255 MPa und es kommt zur plastischen Verformung. Nach 200 Sekunden endet die Simulation der während der HT-Verzinkung auftretenden Spannungen, weil die Probe fast vollständig durchwärmt ist.

Die Simulation der Spannungs-Dehnungs-Diagramme wurde für verschiedene Bereiche der Schraube durchgeführt und zeigt, dass die höchsten Spannungen während des Verzinkens im ersten Gewindegang entstehen (Bild 58).

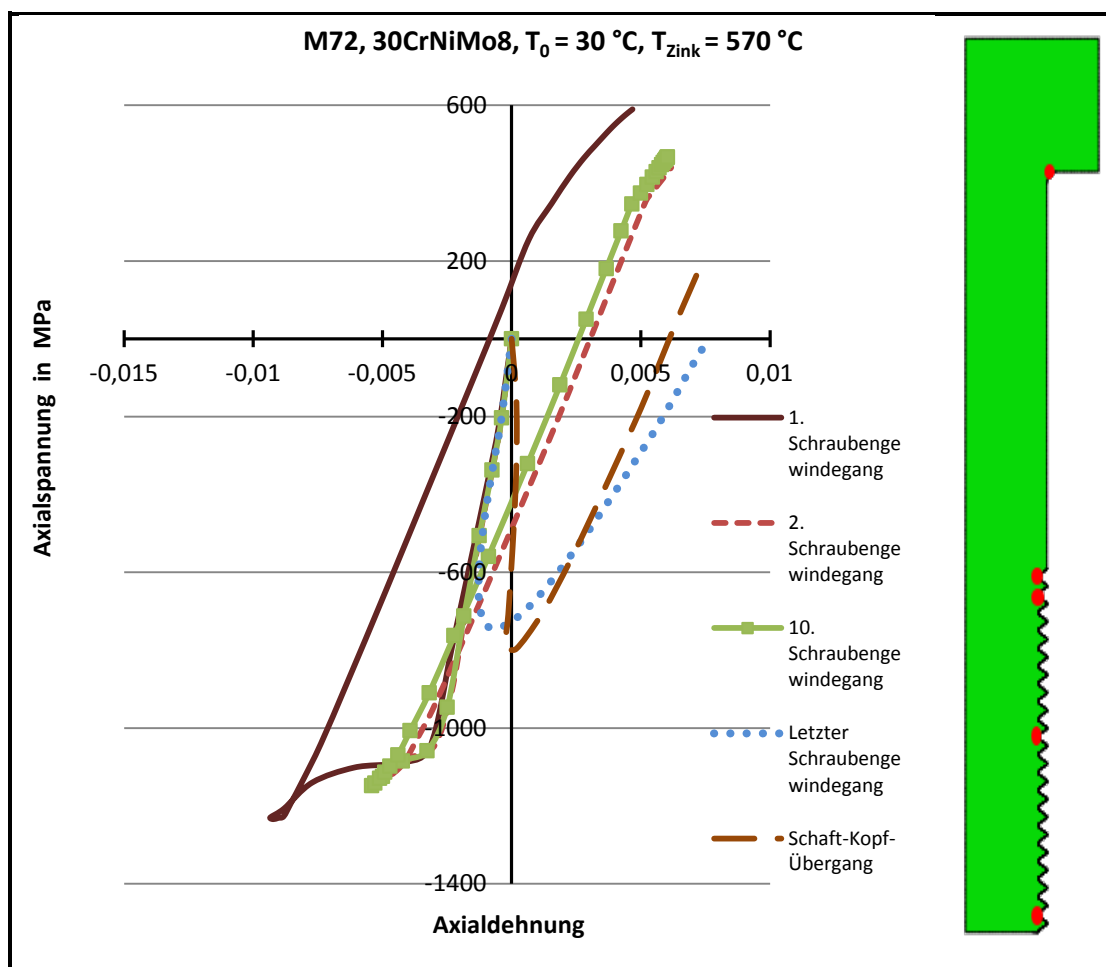


Bild 58: Simuliertes Spannungs-Dehnungs-Diagramm für verschiedene Gewindegängen sowie den Kopf-Schaft-Übergang einer M72 Schraube während des HT-Verzinkens. Die Schraube wurde nicht vorgewärmt.

Aus dem Diagramm ist eindeutig zu erkennen, dass beim Eintauchen der Schraube in die Zinkschmelze zuerst die Gewindegänge und der Bereich des Kopf-Schaft-Übergangs plastisch gestaucht werden. Mit der Zeit nehmen die Druckspannungen ab und gehen in Zugspannungen über. Ausnahme ist der letzte Gewindegang. Hier bleibt es bei rein elastischer Formänderung. Da sich der letzte Gewindegang nicht plastisch verformt, folgt er der weiteren Dehnung, ohne dass Zugspannungen induziert werden.

Der erste Gewindegang hingegen wird im Druckbereich am stärksten plastisch deformiert. Daher werden hier im weiteren Verlauf auch die höchsten Zugspannungen induziert. Für den ersten Gewindegang sind in dem Diagramm in Bild 57 die jeweiligen Zeiten (Sekunden nach dem Eintauchen) und erreichten die Temperaturen eingezeichnet. Im Folgenden werden die Verläufe der berechneten Spannungs-Dehnungs-Diagramme näher betrachtet.

Beim Feuerverzinken setzt sich die Gesamtdehnung der Schraube aus einem mechanischen ( $\varepsilon_{mech}$ ) und einem thermischen Anteil ( $\varepsilon_{Ther} = \alpha \Delta T$ ) zusammen. Für den Bereich linear-elastischen Werkstoffverhaltens kann man durch Umstellen die Spannung ermitteln, die aus der Dehnungsbehinderung resultiert (Gleichung (6.2)).

$$\varepsilon_{gesamt} = \varepsilon_{Ther} + \varepsilon_{mech} \Rightarrow \sigma_{mech} = E (\varepsilon_{gesamt} - \alpha \Delta T) \quad (6.2)$$

Beim Eintauchen der Schraube in der Zinkschmelze stellt sich ein Temperaturgradient in der Schraube ein. Dieser Temperaturgradient verhindert die thermische Ausdehnung an der Schraubenoberfläche. Diese Verhinderung induziert Spannung (thermische Spannung) in der Schraube. In einer eigenspannungsfreien Schraube (wie bei schlussvergüteten Schrauben), die komplett durchgewärmt wurde, sollte es keine Spannungen geben. Dies gilt aber nur, wenn während des Aufwärmens aufgrund eventueller Dehnungsbehinderungen entstehenden Spannungen, keine plastische Verformung hervorgerufen wird. Hat sich dann eine gleichmäßige Temperatur über dem Probenquerschnitt eingestellt, ist die Gesamtdehnung gleich der thermischen Ausdehnung.

Die Wärme wird von der Oberfläche ins Material geleitet. Also dehnen sich zuerst die äußeren Schraubenbereiche aus, werden aber vom kühleren Kern in ihrer Dehnung behindert. Daher stehen diese äußeren Bereiche unter Druckspannungen, während die inneren Bereiche Zugspannungen vorliegen. Die zeitliche Änderung der Dehnung und der Spannung in einem Punkt auf der Oberfläche in der Mitte des Schaftes der Schraube ist beispielhaft für eine Schraube der Abmessung M72 in Bild 59 dargestellt.

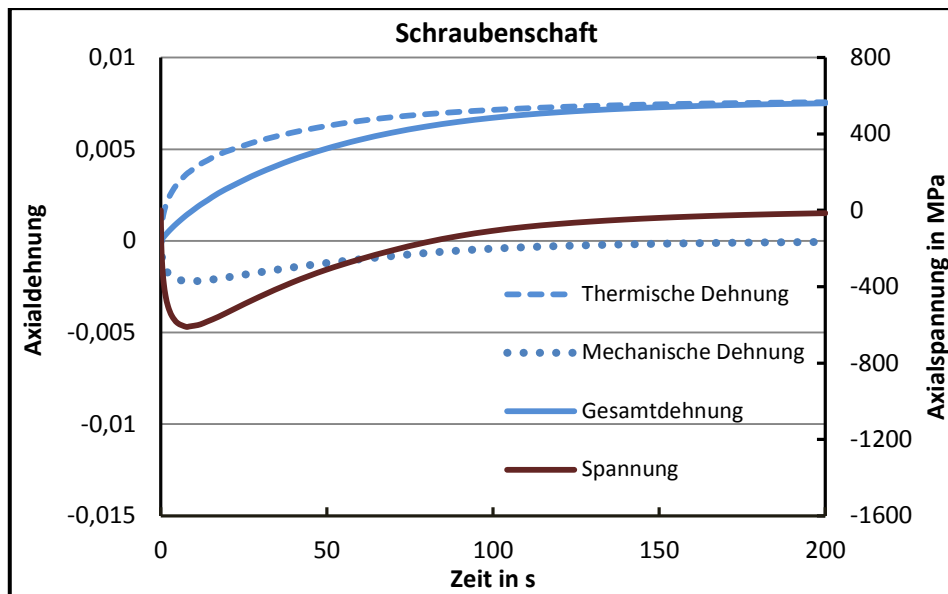


Bild 59: Zeitlich Entwicklung der Dehnungen und Spannung in einem Punkt auf der Mitte der Oberfläche des Schaftes einer Schraube der Abmessung M72 aus 30CrNiMo8 während des HT-Verzinkens. Aufgrund der hohen Temperaturgradienten zwischen Rand- und Kernbereich der Schraube werden in den ersten Sekunden des Feuerverzinkungsvorgangs hohe Druckspannungen in diesem Punkt induziert.

Mit der Zeit werden die Temperaturgradienten zwischen Rand und Kern kleiner. Die Druckspannungen in diesem Punkt werden allmählich abgebaut. Nach vollständigem Durchwärmen der Schraube besteht kein Temperaturgradient mehr, die thermischen Spannungen sind wieder minimal. Für den Schaftbereich sind Spannungen daher gleich null aber die Gesamtdehnung bleibt für die gesamte Dauer des Feuerverzinkungsprozesses positiv.

Die zeitliche Entwicklung der Dehnungen und Spannungen im letzten Gewindegang (Gewindegrund) ist in Bild 60 dargestellt.

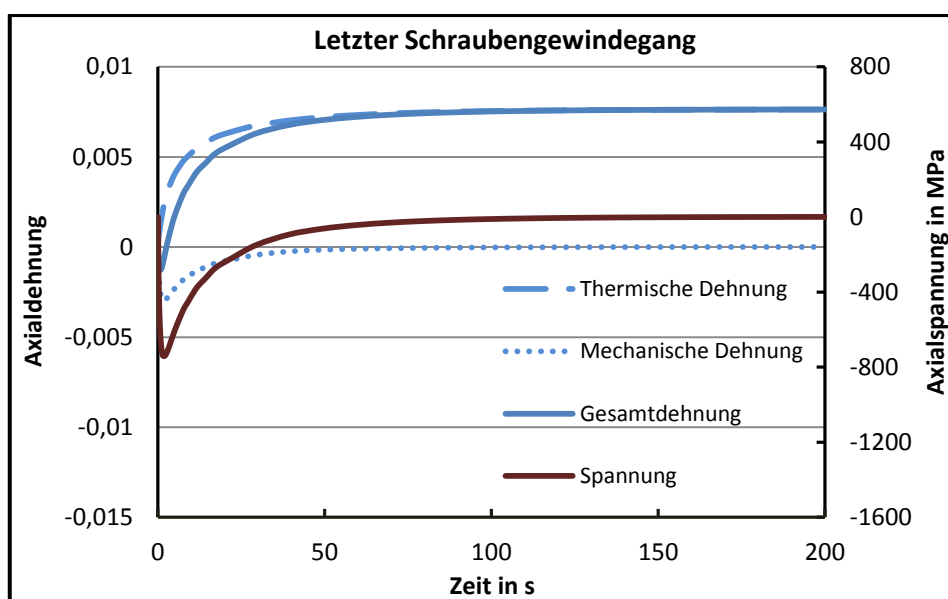


Bild 60: Zeitliche Entwicklung der Dehnungen und Spannungen im letzten Gewindegang einer Schraube M72 während des HT-Verzinkens. Die thermische Dehnung wird sowohl durch den Temperaturgradienten als auch aufgrund der Geometrie der Gewinde zuerst stark behindert, sodass dieser Punkt gestaucht wird.

Die Druckspannung ist hier nicht groß genug, um zu einer plastischen Deformation zu führen. Die Temperaturgradienten werden schnell abgebaut, weil der Kern an dieser Stelle zusätzlich vom Schraubenende her aufgeheizt wird. Bereits nach etwa 100 Sekunden kommt es hier zum Temperatúrausgleich mit der Zinkschmelze und die Dehnung bleibt konstant.

Aufgrund der Schraubengeometrie ergeben sich die größten Temperaturgradienten und demzufolge die höchsten induzierten Spannungen in den Gewindegängen. Die Simulationen zeigen für die ersten Sekunden des Feuerverzinkungsprozesses die höchsten Temperaturgradienten im ersten Gewindegang. Diese Temperaturgradienten verursachen die höchsten plastischen Deformationen (Stauchungen) im ersten Gewindegang (Bild 58 und Bild 61).

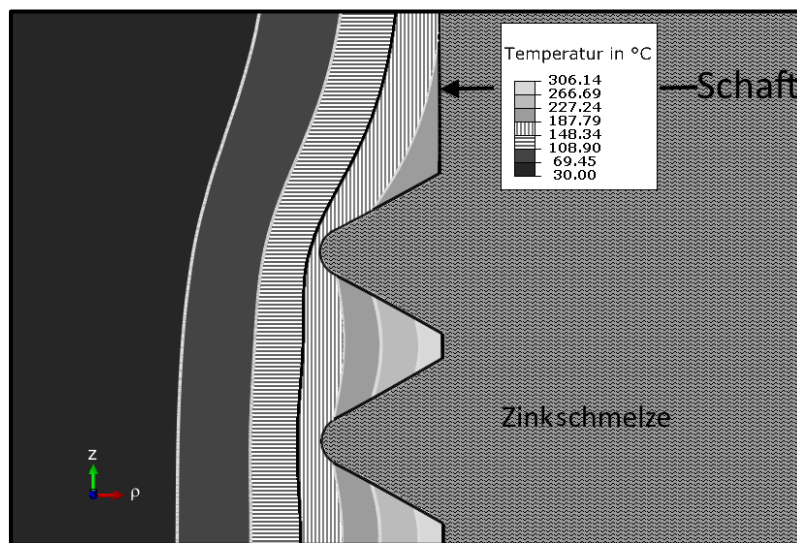


Bild 61: Temperaturverteilung in der Schraube mit Abmessung M72 1,5 Sekunden nach dem Eintauchen der Schraube in die Zinkschmelze. Die Temperatur der Zinkschmelze beträgt 570 °C, die Schraube wurde nicht vorgewärmt.

Die isotherme Grenze zwischen den zwei schraffierten Konturen in Bild 61 ist deutlich näher am ersten Gewindegang als am zweiten Gewindegang. Das verursacht größere Temperaturgradienten am ersten Gewindegang als am zweiten Gewindegang (Bild A-5).

Die Temperaturgradienten werden mit der Zeit abgebaut und der Gewindegrund dehnt sich aus. Die plastische Verformung bewirkt eine Lastumkehr und bereits 50 Sekunden nach dem Eintauchen der Schraube in die Zinkschmelze werden die Druckspannung im Gewindegang abgebaut (Bild 57). Die Zugspannung wächst mit weiterer Ausdehnung des Gewindegangs. Da die thermische Ausdehnung im ersten Gewindegang am meisten behindert ist, kommt es hier zur geringsten Ausdehnung (Gesamtdehnung Bild 62). Diese Ergebnisse decken sich mit den Ergebnissen aus der zerstörungsfreien Rissprüfung. Die LMAC Risse wurden sowohl bei Schrauben der Abmessung M72 als auch bei Schrauben der Abmessung M64 nur im ersten Gewindegang beobachtet (Bild 22).

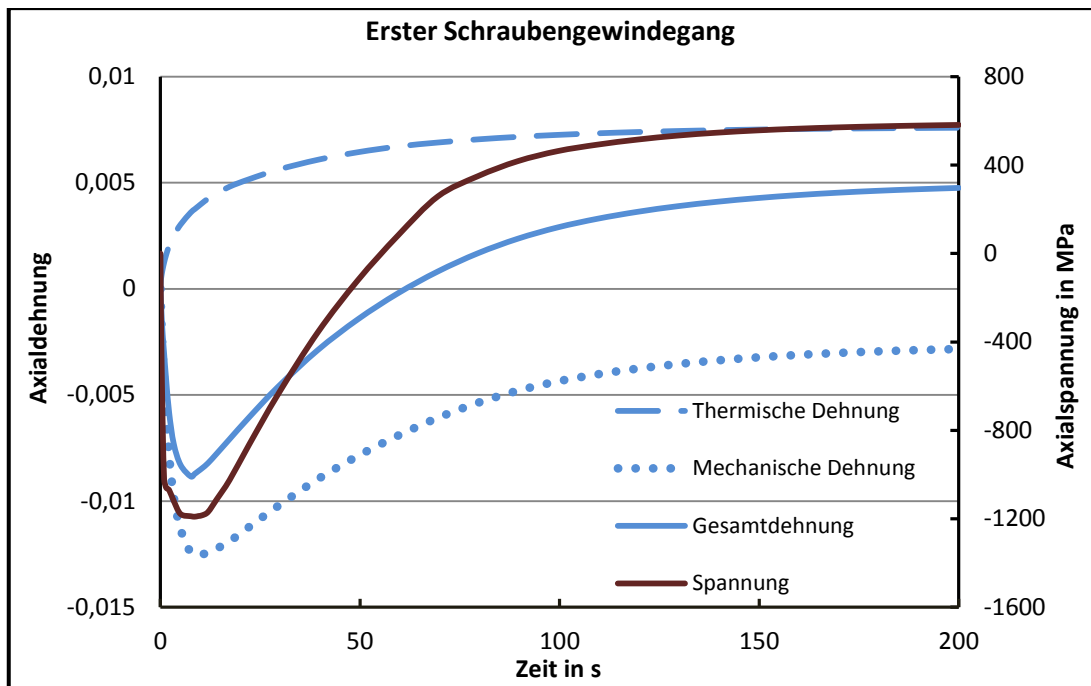


Bild 62: Zeitliche Entwicklung der Dehnungen und Spannung im ersten Gewindegang einer Schraube M72 aus 30CrNiMo8 während des HT-Verzinkens. Die thermische Dehnung ist genauso groß wie im letzten Gewindegang, aber die mechanische Dehnung ist deutlich größer als im letzten Gewindegang. Der Grund dafür sind die hohen thermischen Gradienten.

### 6.3.1 Simulation der durchgeführten Feuerverzinkungen

Die Schrauben der Abmessungen M36, M48 und M72 wurden sowohl NT- als auch HT-verzinkt. Die für die HT-Verzinkung vorgesehenen Schrauben wurden in zwei Gruppen geteilt: Eine Gruppe wurde zuerst auf 250 °C vorgewärmt und dann feuerverzinkt. Zu Beginn der Simulation hatten die Schrauben eine konstante Temperatur von  $T_0=250$  °C über alle Bereiche hinweg. Die andere Gruppe wurde ohne Vorwärmen ( $T_0=30$  °C) feuerverzinkt. Die Schrauben der Abmessungen M56 und M64 wurden nur HT-verzinkt und dabei nicht vorgewärmt.

Das vollständige Eintauchen der Schrauben in die Zinkschmelze geschieht zügig. Die Schrauben werden innerhalb von 3-5 Sekunden in die Zinkschmelze eingetaucht. Daher wurde in der Simulation der Tauchvorgang nicht berücksichtigt. Die Simulationen wurden mit passenden Randbedingungen (konstante Wärmeübergangskoeffizienten und Anfangstemperaturen) für die entsprechenden Feuerverzinkungsverfahren, Schraubenbereiche und Durchmesser durchgeführt. Die Feuerverzinkungsprozesse der Schrauben mit den Abmessungen M56, M64 und M72 wurden mit den Werkstoffkennwerten des Stahles 30CrNiMo8 simuliert. Bei den Schrauben der Abmessung M36 wurden die mechanischen Werkstoffkennwerte für den Werkstoff 32CrB4 angenommen und bei den Schrauben M48 die mechanischen Werkstoffkennwerte des Stahles 33MnCrB5 (siehe auch Kapitel 5).

Wie erwartet wurden die höchsten Spannungen beim HT-Verzinken ohne Vorwärmen induziert. Die Spannungen wachen mit zunehmenden Schraubendurchmessern (Bild 63).

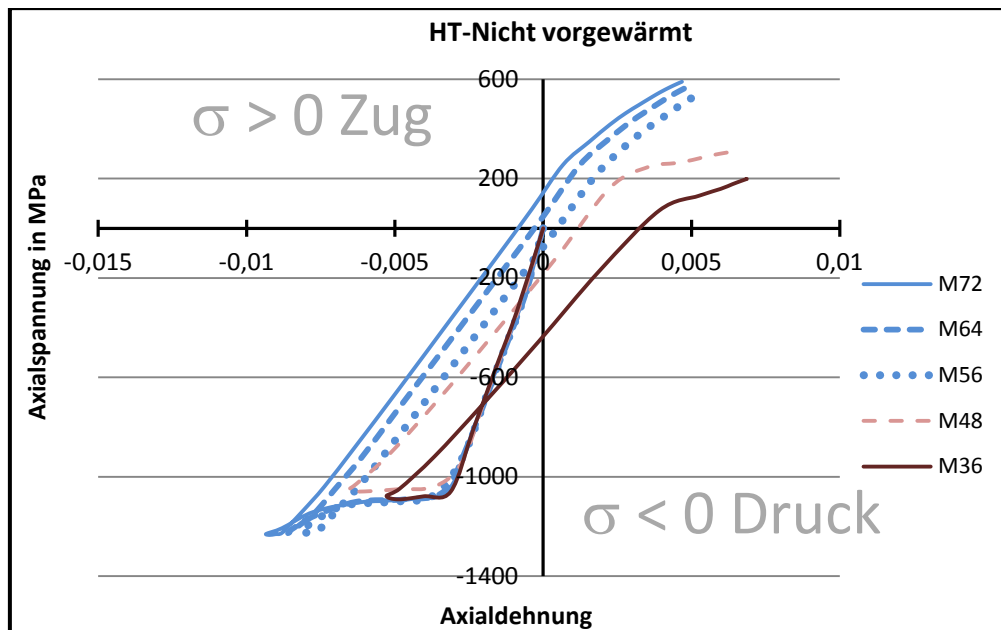


Bild 63: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm im ersten Gewindegang während des HT-Verzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt. Alle Schraubendurchmesser (M36 bis M72) werden im ersten Gewindegang lokal sowohl im Druckbereich als auch im Zugbereich plastisch deformiert.

Wie aus Bild 34 zu erkennen ist, verlieren die Werkstoffe 32CrB4 und 33MnCrB5 bei hohen Temperaturen deutlich stärker an Festigkeit als der Werkstoff 30CrNiMo8. Daher wurden die Schrauben der Abmessungen M36 und M48 Schrauben in der Simulation stärker plastisch deformiert als die Schrauben mit größeren Durchmessern.

Bei den vorgewärmten Schrauben (HT-verzinkt) ist die zusätzliche Ausdehnung während des Feuerverzinkens geringer, wodurch geringere Spannungen induziert werden (Bild 64). Daher wurden an den vor dem Feuerverzinken vorgewärmten Schrauben (M36, M48, M72) auch keine Risse beobachtet.

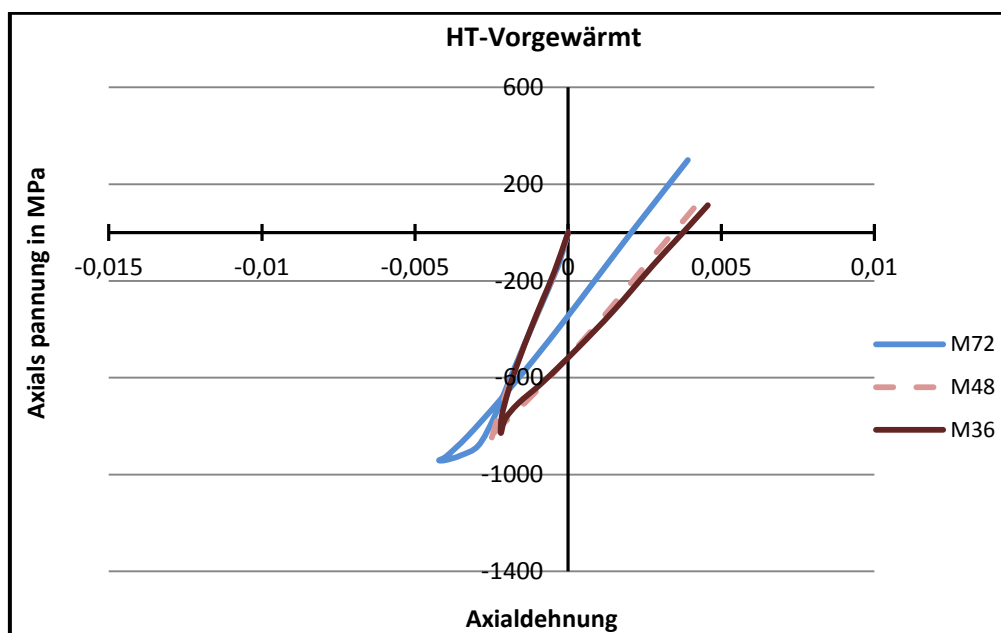


Bild 64: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm während des HT-Verzinkens. Die Schrauben wurden vorgewärmt. Alle Schrauben werden im Druckbereich plastisch deformiert.

Bei den NT-verzinkten Schrauben wurden ebenfalls keine Risse detektiert, obwohl die Schrauben nicht vorgewärmt wurden. Die induzierten Spannungen sind folglich geringer als bei den HT-verzinkten Schrauben ohne Vorwärmung. Allerdings sind sie immer noch höher als bei den HT-verzinkten Schrauben mit Vorwärmung (Bild 65). Dennoch wurden die Schrauben im Zugbereich nicht plastisch deformiert, weil die Werkstoffe aufgrund der niedrigeren Feuerverzinkungstemperatur der NT-Verzinkung noch eine höhere Festigkeit aufweisen als bei der Feuerverzinkungstemperatur des HT-Verzinkens.

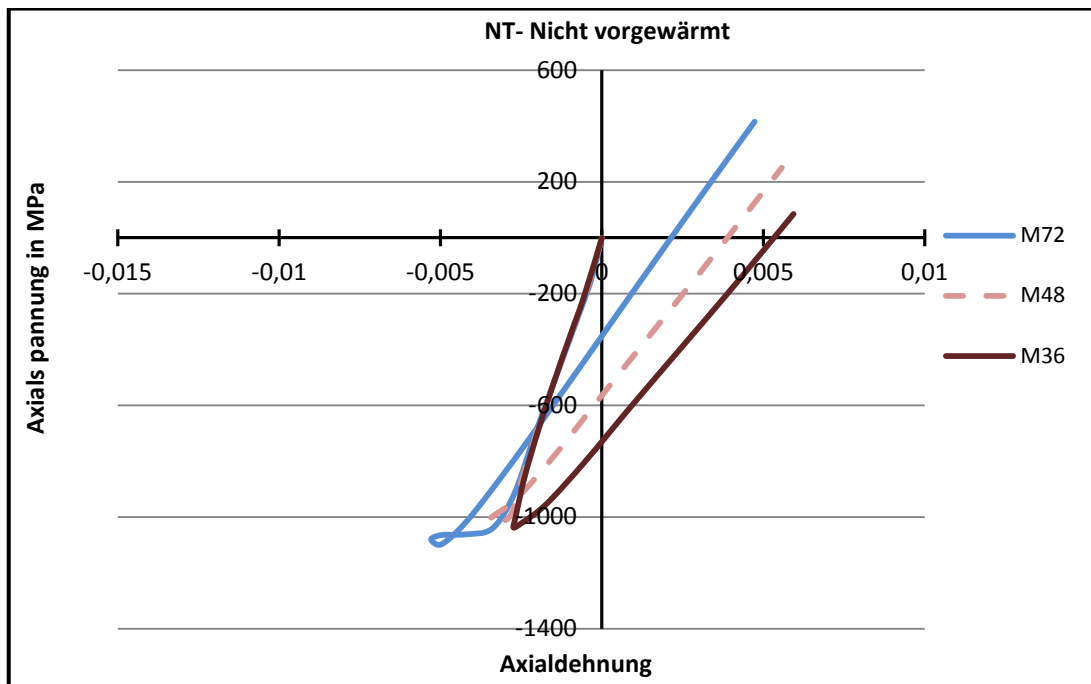


Bild 65: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm während des NT-Verzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt. Keine Schraube wurde im Zugbereich plastisch deformiert.

Zusammenfassend zeigen die numerischen Simulationen:

- Der effektive Wärmeübergangskoeffizient ist abhängig von der verstrichenen Zeit ab Beginn des Verzinkungsprozess, den Dimensionen der Schrauben und dem Temperaturunterschied zwischen Schraube und Zinkschmelze.
- Durch zwei diskrete zeitabhängige effektive Wärmeübergangskoeffizienten konnten die gemessenen Temperaturen aus praxisnahen Versuchen sehr gut simuliert werden.
- Die Zeitabhängigkeit des effektiven Wärmeübergangskoeffizienten ergibt sich wahrscheinlich durch Randbedingungen des Versuchsaufbaus.
- Es sind immer die Axialspannungsanteile zu untersuchen, da diese am höchsten und somit am kritischsten sind.
- Während des Aufheizens kommt es zu einer plastischen Verformung im Gewindegrund der Schrauben durch Überschreiten der Druckfließgrenze.
- Die plastischen Verformungen verursachen Zugspannung nach dem Temperatenausgleich im Gewindegrund der Schraube.
- Im ersten Schraubengewindegang am Übergang zum gewindefreien Schaft sind der Tem-

---

peraturgradient und damit die induzierten Spannungen am größten.

- Die Simulationsergebnisse passen sehr gut zu den Ergebnissen der zerstörungsfreien Rissuntersuchungen. Bei diesen Untersuchungen wurden die Risse nur im ersten Schraubengewindegang beobachtet.
- Ein Vorwärmen der Schraube führt zu reduziertem Temperaturgradienten und damit zu signifikant reduzierten Spannungen während des Verzinkungsvorgangs.



---

## 7 Ermittlung der kritischen Spannung für LMAC

---

Bisher existieren in der Literatur keine genauen Informationen darüber, ab welcher maximalen Spannung beim Feuerverzinken hochfester Stahlbauteile mit LMAC gerechnet werden muss. Zurzeit wird eine solche Belastungsgrenze stets rein phänomenologisch bestimmt. Daher ist es erst nach dem Feuerverzinken möglich, zu prüfen, ob die Bauteile den Feuerverzinkungsprozess überstanden haben oder ob eine Rissbildung (LMAC) stattgefunden hat. Neben der optischen Inspektion sind hierzu teilweise auch aufwändigere zerstörungsfreie Prüfverfahren (Ultraschall etc.) erforderlich.

In diesem Kapitel wird gezeigt, wie eine Spannungsgrenze für die LMAC-Rissinitiierung bestimmt werden kann.

---

### 7.1 Modifizierter Zugversuch in der Zinkschmelze mit U-Proben

---

Zur Untersuchung der LMAC wurden modifizierte Zugversuche an U-Proben in einer Zinkschmelze durchgeführt. Diese Methode wurde am Institut für Werkstoffkunde entwickelt und bereits erfolgreich eingesetzt [47]. Zur Durchführung der Experimente wurden ausschließlich U-Proben nach Bild 66 verwendet.

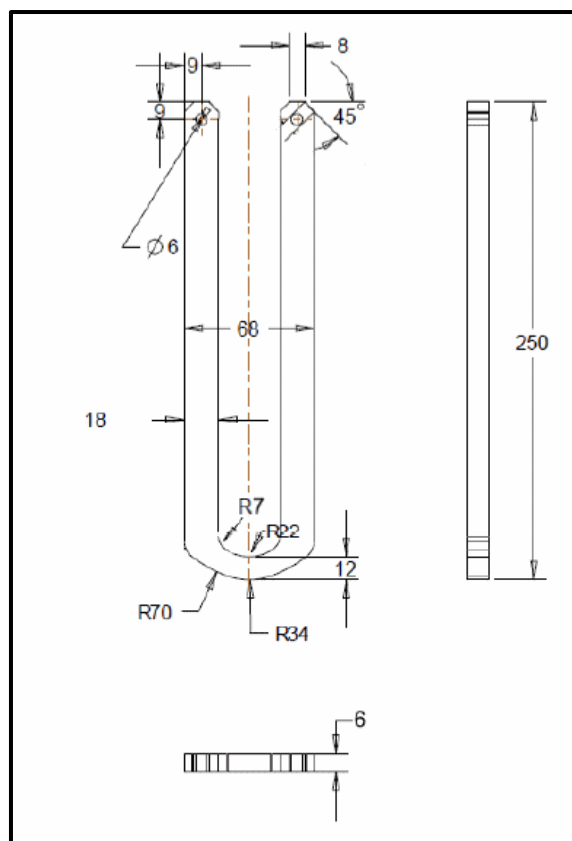


Bild 66: Technische Zeichnung der verwendeten U-Proben für die Untersuchungen zur LMAC.

Die U-Proben wurden aus 6 mm starkem Blech aus dem Werkstoff 42CrMo4 mittels Wasserstrahlschneiden gefertigt. Danach wurden die Proben gehärtet und bei 600 °C angelassen. Die Anlasstemperatur wurde absichtlich 30 °C höher als die Temperatur des HT-Verzinkens gewählt,

damit die Vergütungswirkung beim Eintauchen in die Zinkschmelze nicht verloren geht. Die Streckgrenzen und Zugfestigkeiten der Proben lieferten mit 1000 MPa und 1100 MPa gut übereinstimmende Werte mit den Vorgaben für eine Schraube der Festigkeitsklasse 10.9 (Bild 67).

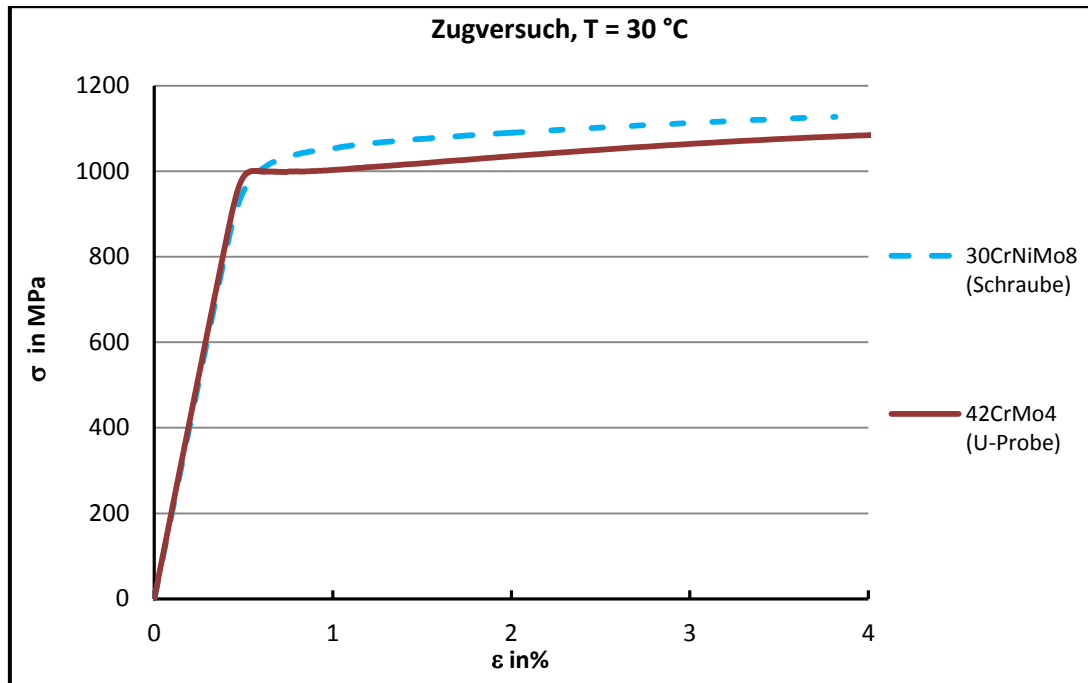


Bild 67: Vergleich zwischen zwei durchgeführten Zugversuchen an einer Schraube (Werkstoff 30CrNiMo8) und einer U-Probe (Werkstoff 42CrMo4). Streckgrenze und Zugfestigkeit liefern ähnliche Werte.

Die U-Proben wurden in die Zinkschmelze (Zinkbadklasse 1) eingetaucht und während des Feuerverzinkungsprozesses mechanisch belastet. Hierzu können die Arme der U-Probe mit konstanter Kraft (Zeitstandversuch) oder konstanter Dehnrates (Zugversuch) auseinander gezogen werden. Die U-Proben werden nicht komplett in die Zinkschmelze eingetaucht. Die Kraft wird über Bolzen, die jeweils an den oberen Enden der Arme quer in hierfür vorgesehene Bohrungen gesteckt werden, aufgebracht (Bild 66 und Bild 20).

Frühere Untersuchungen haben gezeigt, dass sowohl weg- als auch kraftgeregelte Versuche zur Provokation von LMAC in Frage kommen [47]. Diese zwei unterschiedlichen Regelungen der Versuche simulieren zwei verschiedene Beanspruchungszustände. Die kraftgeregelten Versuche simulieren die stationäre Phase des Feuerverzinkens. Dabei ist die Temperatur im gesamten Bauteil gleich und während des Feuerverzinkens wirkt auf die Probe nur eine konstante Spannung (Zeitstandversuch). Solche konstanten Spannungen treten z.B. bei der Feuerverzinkung großer Stahlträger an den Stegbohrungen auf [16].

Beim Eintauchen der Bauteile in die Zinkschmelze liegen instationäre Beanspruchungen vor, da durch den thermischen Gradienten im Bauteil lokal unterschiedliche Wärmedehnungen und demzufolge unterschiedliche Spannungszustände entstehen. Diese Beanspruchung wird durch weggeregelte Versuche (Zugversuche) in der Zinkschmelze simuliert.

Alle Zugversuche wurden mit einer konstanten Zuggeschwindigkeit von 0,05 mm/s durchgeführt. Die Zugversuche wurden bei drei unterschiedlichen Zinkschmelzen-Temperaturen (460 °C, 530 °C und 570 °C) in einem Zinkbad der Klasse 1 nach DAST-Richtlinie 022 [52] durchgeführt.

Diese Temperaturen simulieren eine NT-Verzinkung (460 °C) sowie einen niedrigen (530 °C) und einen mittleren (570 °C) Bereich der HT-Verzinkung [5]. Sie bilden somit die in der Praxis überwiegend gebrauchten Verfahren ab. Zusätzlich wurden Versuche in einer Salzschnmelze (Salzmischung) bei den oben genannten Temperaturen durchgeführt. Im Gegensatz zur Zinkschnmelze werden die Proben in der Salzschnmelze lediglich erwärmt. Es findet aber keine Wechselwirkung zwischen Schnmelze und Bauteil statt. Somit kann auch nachgewiesen werden, dass unter mechanischer Beanspruchung die Risse nur durch Einfluss des Zinkbades entstehen.

## 7.2 Erkenntnisse aus modifizierten Zugversuchen

Bei den modifizierten Zugversuchen werden die U-Proben (Bild 66) in einer Schnmelze (Salz oder Zinkbad) auseinander gezogen. Währenddessen werden die Kraft und die Aufweitung aufgezeichnet. Der Vergleich von Versuchen, die in geschmolzenem Zink und in geschmolzenem Salz (Mischung aus Kaliumnitrat  $\text{KNO}_3$  und Natriumnitrit  $\text{NaNO}_2$ ) durchgeführt wurden, zeigt, dass in der Zinkschnmelze belastete Proben deutlich früher durch Bruch versagen als Proben, die in der Salzschnmelze auseinander gezogenen werden (Bild 68).

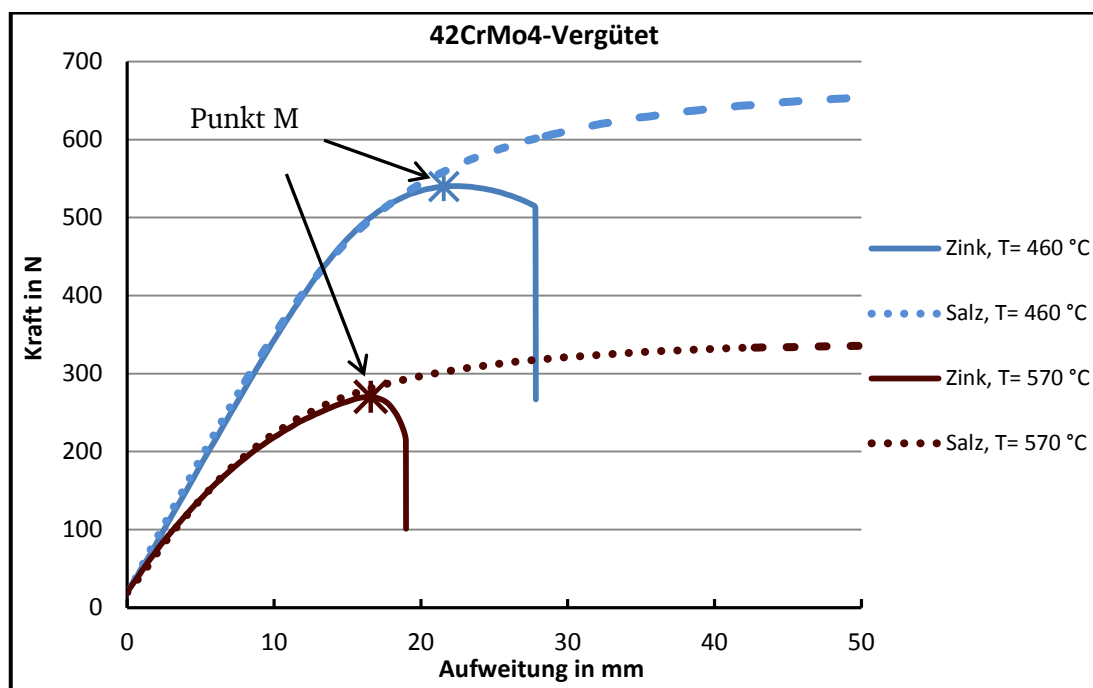


Bild 68: Die vergüteten U-Proben versagen in der Zinkschnmelze bei geringeren Belastungen. Punkt M markiert die maximale gemessene Belastungskraft in der Zinkschnmelze.

Folglich müssen durch die Zinkschnmelze Risse in den U-Proben induziert worden sein, die bei zunehmender Aufweitung der Probe wachsen, bis letztlich der Bruch eintritt, weil der tragende Restquerschnitt zu klein ist. In zuvor durchgeführten Studien von Körber [47] konnten diese Risse eindeutig als LMAC-Risse eingestuft werden. Dies konnte nach Entnahme der Proben im Mikroskop festgestellt werden (Bild 69). In den belasteten Proben in der Salzschnmelze wurden dagegen keine Risse induziert.

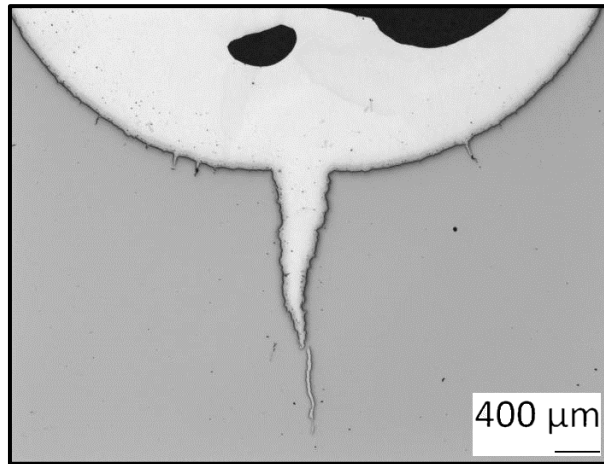


Bild 69: LMAC-Riss an einer in der Zinkschmelze belasteten Probe. Der Riss ist mit Zink verfüllt [47].

Bei Belastung der Proben in der Salzsämelze nimmt die Kraft bis zur maximalen Aufweitung stetig zu (Bild 68). Die Kraft ist limitiert durch die Geometrie des Apparats, der nur eine gewisse maximale Aufweitung zulässt. Im Gegensatz hierzu nimmt bei den in der Zinkschmelze durchgeführten Versuchen die Kraft zuerst bis zu einem Maximalwert (Punkt M im Bild 68) zu und anschließend kontinuierlich ab.

Die induzierten Risse konnten bei Proben, die nur bis zum Maximalpunkt (Punkt M im Bild 68) in den Kraft-Aufweigungs-Diagrammen in der Zinkschmelze auseinandergezogen wurden, beobachtet werden. Hierzu wurde der Versuch abgebrochen, sobald die Kraft wieder abfiel. Bei diesen Proben liegen die LMAC-Risslängen zwischen 1 mm und 4 mm, d. h. sie entsprechen bis zu einem Drittel der Probenhöhe (Bild 70a und Bild 70b). Das ist ein Hinweis darauf, dass die Rissbildung bereits bei Belastungen deutlich unterhalb der Maximalkraft (Punkt M in Bild 68) einsetzt. Die Risse breiten sich entlang der Korngrenzen (Bild 71c) aus. Auf der Bruchfläche erscheinen sie mit Zink verfüllt (Bild 71d). Da die Risse zudem ausschließlich bei den in der Zinkschmelze belasteten Proben auftraten, können sie eindeutig als LMAC-Risse identifiziert werden.

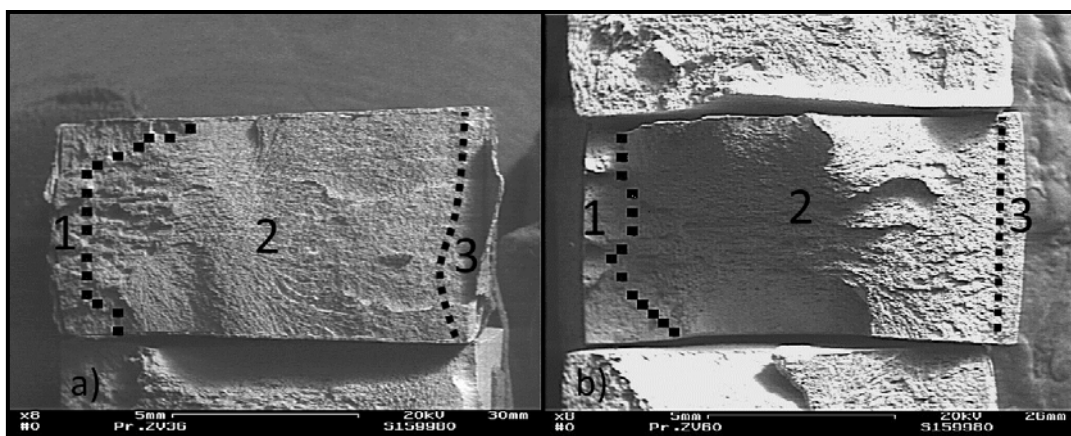


Bild 70: Übersicht der Bruchfläche mit der Markierung der interkristallinen Zone (Zone 1), der transkristallinen Zone mit Spaltflächen (Zone 2) und duktiler Waben (Zone 3). Die Proben wurden nur bis zum Maximalpunkt des Kraft-Aufweigungs-Diagrammes (Punkt M im Bild 68) in geschmolzenem Zink belastet. Sobald die Kraft wieder abnahm, wurden die Probe nicht weiter auseinandergezogen a)  $T_{\text{Zink}} = 460\text{ °C}$ . b)  $T_{\text{Zink}} = 570\text{ °C}$ .

---

Zur weiteren Untersuchung dieser Proben, die im Versuch noch nicht vollständig durchgebrochen waren, mussten die Rissflächen freigelegt werden. Dazu wurden die Proben durch Tiefkühlen in flüssigem Stickstoff versprödet, um sie unmittelbar im Anschluss in einer Universalprüfmaschine bei Raumtemperatur schlagartig auseinander zu brechen. Die nachfolgende rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Bruchflächen liefert folgendes Ergebnis:

Die Bruchflächen bestehen aus drei Teilen. Im Rissstartbereich waren die Bruchflächen mit einem Zink-Belag bedeckt, sodass in diesem Zustand keine Untersuchung der Bruchmikrostruktur möglich war. Nach dem Entfernen des Zinkbelags mit Salzsäure konnte eine interkristalline Struktur (Zone 1 in Bild 70a) auf der Bruchfläche beobachtet werden (Bild 71a). Es schließt sich ein Bruchbereich mit transkristallinen Spaltflächen an (Zone 2 in Bild 70a). Dieser versprödete Bruchbereich wurde beim Auseinanderbrechen der tiefgeköhlten Proben erzeugt.



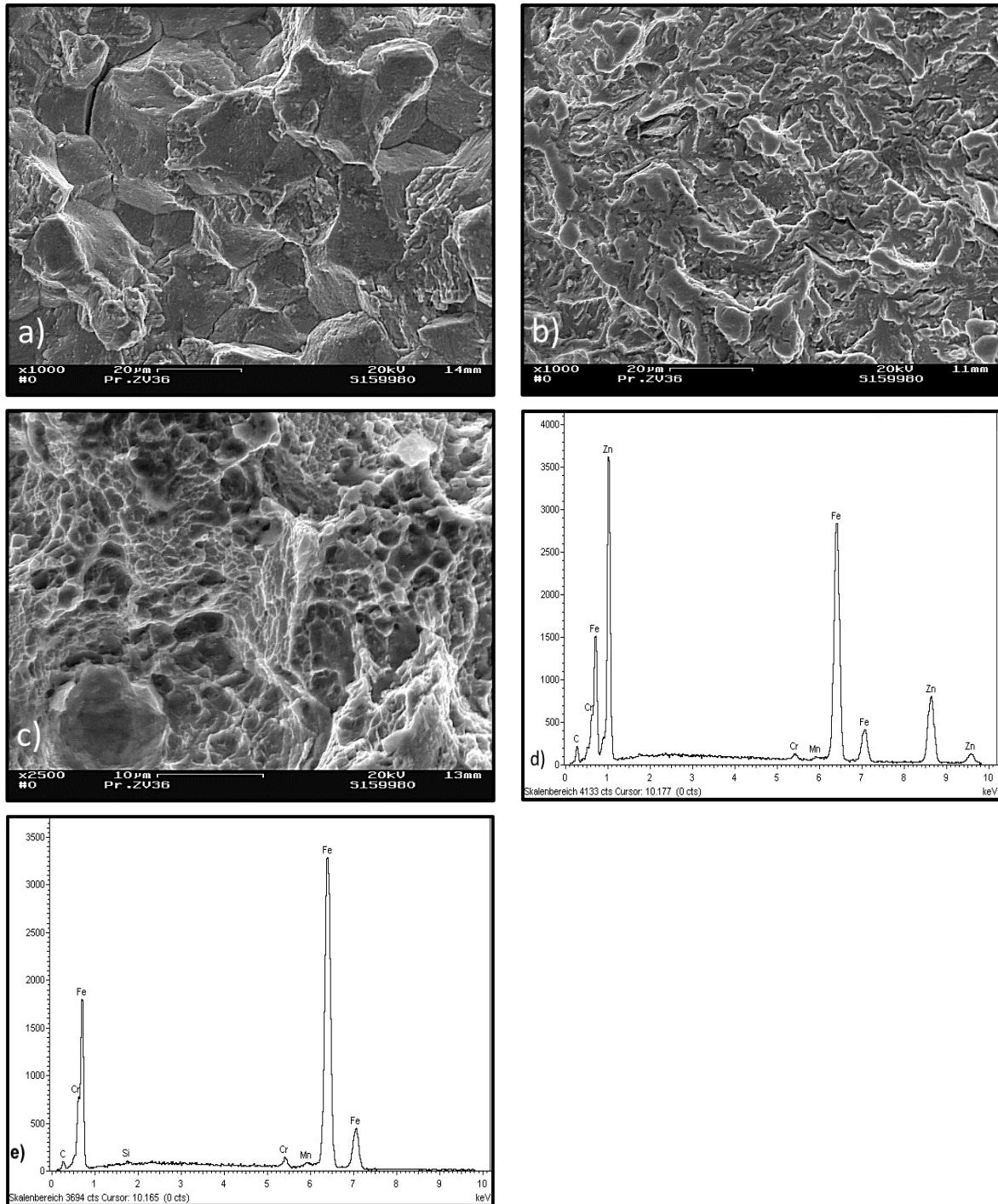


Bild 71: a) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 1. Die interkristallinen Trennungen sind deutlich zu erkennen. Der Bruch ist eindeutig als LMAC-Riss zu identifizieren. Der Zinkbelag wurde mit Salzsäure entfernt. b) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 2. Die transkristallinen Spaltflächen sind deutlich zu erkennen. c) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 3. Die duktilen Wabenstrukturen sind deutlich zu erkennen. d) EDX-Analyse der Bruchfläche der Zone 1. Der Zinkbelag ist deutlich zu erkennen. e) EDX-Analyse der Bruchfläche der Zone 2. Auf der Bruchfläche sind nur Eisenlinien zu beobachten.

Da die tiefgekühlten Proben im Zugversuch nicht vollständig brachen, wurde der schlussendliche Bruch durch hin- und herbiegen erzeugt, wobei im Bereich 3 (Bild 70 a und b) duktile Wabenstrukturen entstanden.

Nach der Überschreitung der maximalen Belastung nimmt die Kraft zunächst allmählich, dann schlagartig ab (Bild 68), was auf einen raschen Bruchfortschritt hindeutet. Die Proben brechen in

der Zinkschmelze fast komplett in zwei nahezu identische Stücke auseinander. Nur in einem kleinen Bereich der Bruchebene sind sie noch verbunden (Zone 2 in Bild 72a und b).

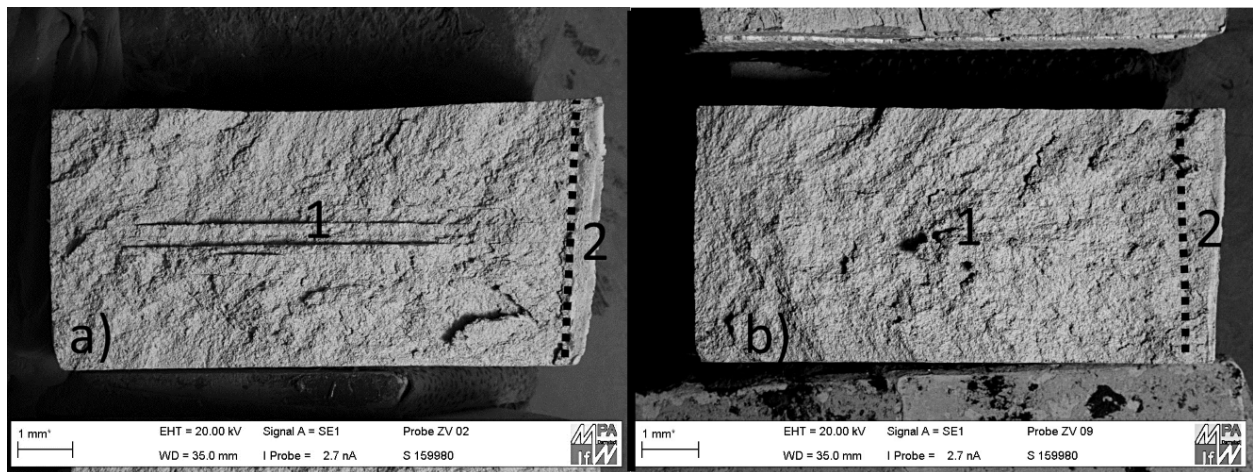


Bild 72: Übersicht der Bruchflächen mit der Markierung der interkristallinen (Zone 1) und der duktilen Waben (Zone 2). Die Proben wurden nur bis zum Ende des Kraft-Aufweitungs-Diagrammes (maximal mögliche Aufweitung) in geschmolzenem Zink belastet. a)  $T_{\text{Zink}} = 460^\circ\text{C}$ . b)  $T_{\text{Zink}} = 570^\circ\text{C}$ .

Nach dem Entfernen des Zinkbelags können zwei Bereiche der Bruchfläche unterschieden werden. Zone 1 weist ausschließlich eine interkristalline Bruchmikrostruktur auf (Bild 73a). Der im Anschluss mechanisch freigelegte Bruchbereich in Zone 2 zeigt einen duktilen Gewaltbruch (Bild 73b).

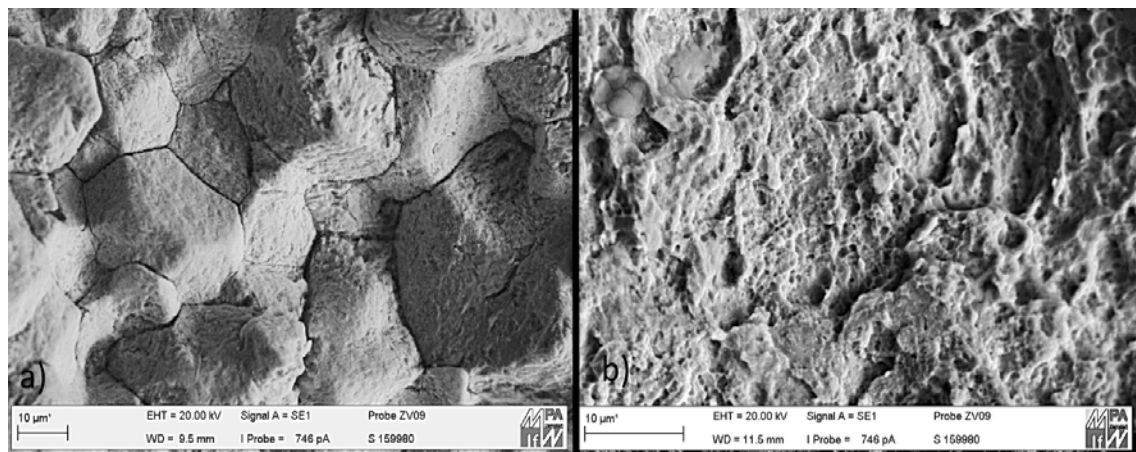


Bild 73: a) Detailaufnahme aus dem Bild 72b Zone 1. Die interkristallinen Trennungen sind deutlich zu erkennen. Der Bruch ist eindeutig ein LMAC-Riss. Der Zinkbelag wurde mit Salzsäure entfernt. b) Detailaufnahme aus dem Bild 72b Zone 2. Die duktilen Wabenstrukturen sind deutlich zu erkennen.

Vor dem Entfernen des Belages in Zone 1 wurde durch energiedispersive Röntgenspektroskopie analyse (EDX) belegt, dass der Belag in Zone 1 in Bild 72b aus Zink besteht (Bild 74a).

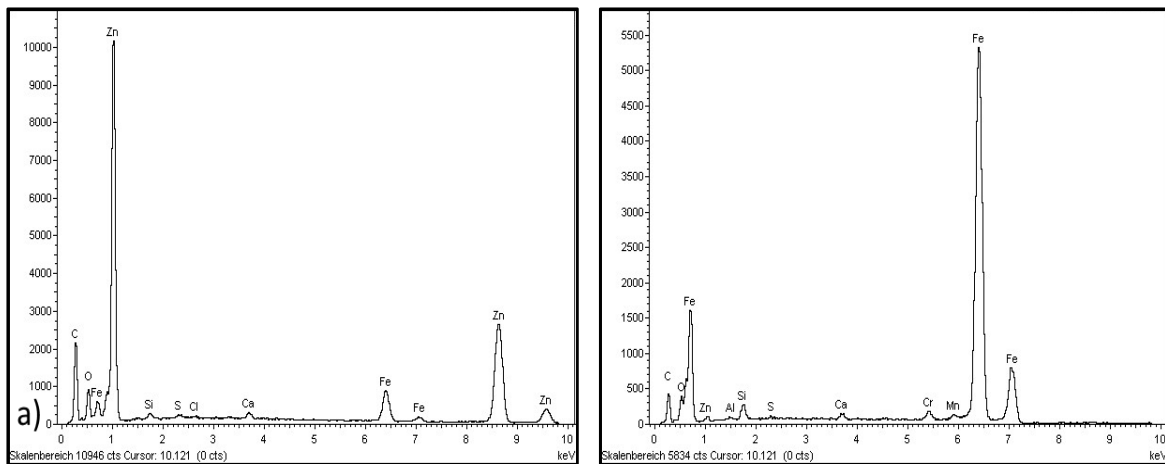


Bild 74: EDX-Analyse der Bruchfläche in Bild 72b. a) EDX-Analyse der Bruchfläche in Zone 1. Der Zinkbelag ist deutlich zu erkennen. b) EDX-Analyse der Bruchfläche in Zone 2. Auf der Bruchfläche sind nur Eisenlinien zu beobachten.

Erwartungsgemäß hängt die Tiefe der LMAC-Bruchfläche von der Aufweitung (Belastungsniveau) in der Zinkschmelze ab (Zone 1 in Bild 70a und Bild 72a und Zone 1 in Bild 70b und Bild 72b). Ein Kriterium für die Rissinitiierung, die, wie weiter oben gezeigt wurde, deutlich unterhalb der Maximalkraft einsetzt, kann allerdings in den Kraft-Aufweitungs-Diagrammen nicht erkannt werden.

### 7.3 Bestimmung des LMAC-Rissinitiierungspunktes

Die LMAC-Risse werden durch die Belastung der Proben in der Zinkschmelze initiiert. Aus den Kraft-Aufweitungs-Diagrammen können allerdings keine Kriterien abgeleitet werden, um die Rissinitiierung zu erkennen. Die gemessenen Risstiefen bei Proben, welche bis zur maximalen Kraft (Punkt M in dem Bild 68) in der Zinkschmelze belastet wurden, schwanken zwischen 1,5 mm und 3 mm. Das bedeutet, dass die Initiierung der LMAC-Risse bereits vor Erreichen des Punktes M im Bild 68 stattgefunden hat. Daher wurde in dieser Arbeit der Rissinitiierungspunkt in der Probe nicht aus den Kraft-Aufweitungs-Diagrammen abgeleitet. Stattdessen wurde er aus einer anderen physikalischen Größe, der Steifigkeit, abgeleitet. Dazu wurde durch Differenzieren des Kurvenverlaufs des Kraft-Aufweitungs-Diagramms die Steifigkeit berechnet.

Es ist bekannt, dass sich LMAC-Risse in den Proben mit hoher Geschwindigkeit ausbreiten (siehe Kapitel 2.4). Daher nimmt durch die schnelle Rissausbreitung der Probenquerschnitt schnell ab, und die Steifigkeit der U-Probe wird deutlich geringer.

Theoretisch fällt die Steifigkeit der Probe also mit Beginn des Risswachstums (Rissinitiierung) schnell ab. Deshalb sollten sich die Steifigkeitskurven der Proben, welche in einer Zinkschmelze bzw. einer Salzsäure belastet wurden, unterscheiden. Bei einer Auftragung der Steifigkeit über der Aufweitung wird zunächst ein paralleler Verlauf der Kurven für beide Schmelzen erwartet. Ab der kritischen Belastung sollte die Steigung der Steifigkeit der in der Zinkschmelze belasteten Probe schneller als die Steigung der Steifigkeit der in der Salzsäure belasteten Probe abfallen. Die Steigung der Kurve fällt aus der Salzsäure mit fast konstanter Geschwindigkeit ab (Bild 75). Bei der Berechnung der Steifigkeits-Kurven wurde die Steifigkeit der Messapparatur nicht berücksichtigt, weil für die angestellten Vergleiche nur der Verlauf der Steifigkeits-Kurven



ausschlaggebend ist und nicht der absolute Wert der Steifigkeit [90].

Die durchgeführten Versuche belegen, dass der Verlauf der Steifigkeitskurven von der verwendeten Schmelze (Salz oder Zink), in der die Proben belastet wurden, abhängt. Für die Herleitung der Steifigkeitskurven wurden die Messwerte der modifizierten Zugversuche nur bis zu dem Punkt der maximalen Kraft der Kraft-Aufweitungs-Diagramme (Punkt M im Bild 68) abgeleitet. Eine starke abnehmende Steifigkeit deutet auf eine Verringerung des tragenden Querschnittes, also Rissbildung, hin.

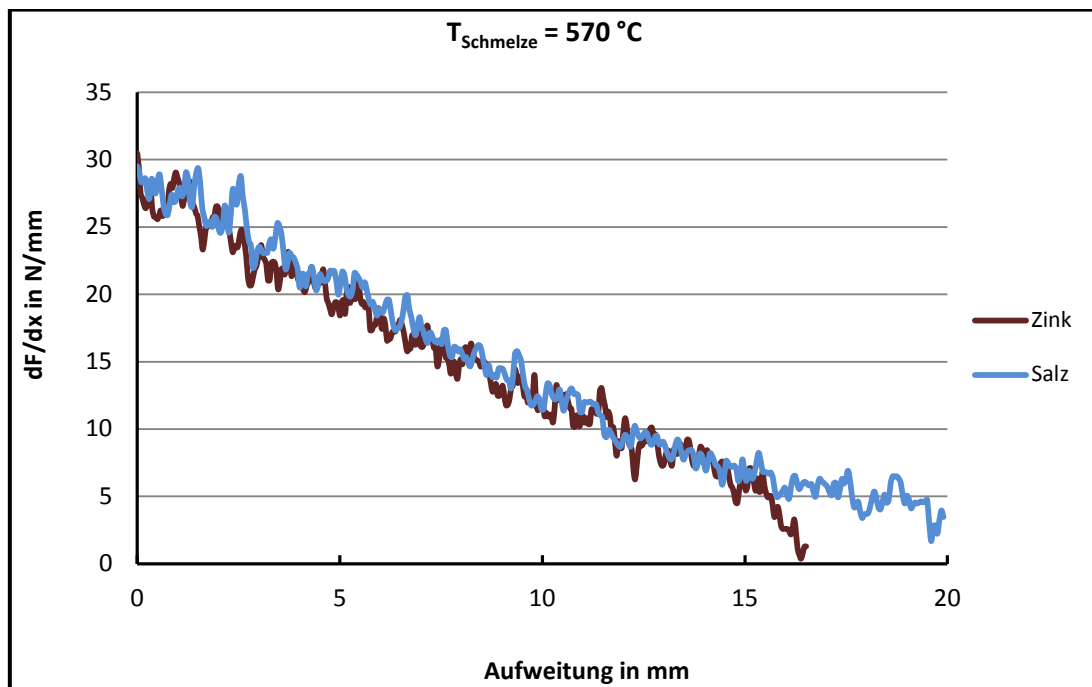


Bild 75: Abgeleitete Steifigkeitskurven aus den Kraft-Aufweitungs-Diagrammen. Die Temperatur der Schmelze beträgt 570 °C.

Die aus den Messwerten abgeleiteten Steifigkeitskurven weisen extremes Rauschen auf. Ursächlich hierfür ist die Verstärkung der Messabweichungen durch das Ableiten. Da die Messwerte immer Messabweichungen vom wahren Wert besitzen, weisen die Ableitungen der Messwerte fast immer Rauschen auf [91, 92]. Trotz des Rauschens kann bei den in der Zinkschmelze belasteten Proben ab einer bestimmten Aufweitung ein schnellerer Abfall der Steifigkeit beobachtet werden (Bild 75). Dies ist auch bei anderen Feuerverzinkungstemperaturen (530 °C, 460 °C) beobachtet worden. Das Rauschen der Steifigkeitskurven kann durch einen geeigneten Filter, wie beispielsweise einem gleitendem Mittelwert oder dem Savitzky-Golay Filter [93, 94] (Bild 76), unterdrückt werden.

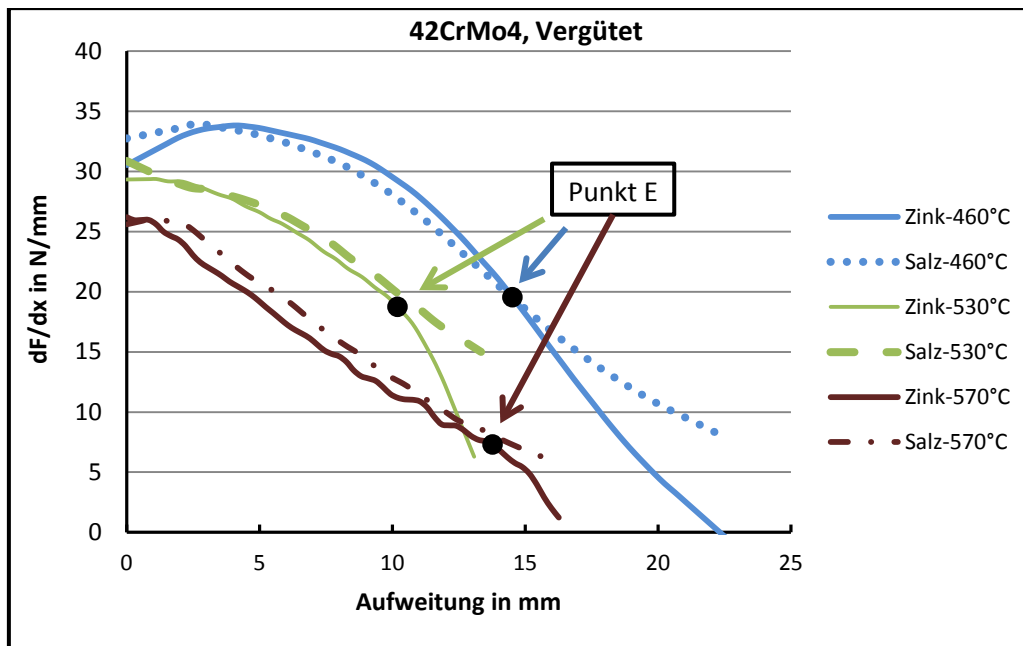


Bild 76: Steifigkeitskurven bei verschiedenen Temperaturen und Schmelzen. Bei jeder Temperatur nimmt die Steifigkeit der Proben in der Zinkschmelze ab einer kritischen Aufweitung (Punkt C) deutlich schneller ab als in der entsprechenden Salzsäure.

Im HT-Bereich ( $T=530\text{ °C}$ ,  $T=570\text{ °C}$ ) fallen die Steifigkeiten deutlich schneller ab als im NT-Bereich ( $T=460\text{ °C}$ ). Der Grund dafür kann das deutlich schnellere Risswachstum beim HT-Verzinken sein.

Um sicherzustellen, dass die schnelle Abnahme der Steifigkeitskurven nicht nur durch die Probenform verursacht wird, wurden Steifigkeitskurven aus den Messwerten einer anderen Probenform (Bild 77) hergeleitet.

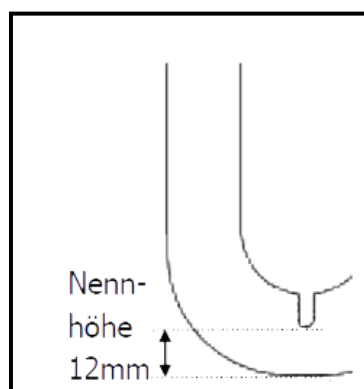


Bild 77: Verwendete U-Proben-Geometrie von Körber [47]

Die im Bild 77 dargestellte Probengeometrie wurden für die Herstellung von Proben aus dem Werkstoff S355 verwendet [47]. Nach der Probenherstellung erfolgte keine Wärmebehandlung. Es liegt ein ferritisch-perlitisches Gefüge vor. Mit einer Zugfestigkeit von rund 500 MPa ist der Werkstoff weniger anfällig gegen LMAC-Risse als die in dieser Arbeit verwendeten Proben. Ein weiterer wesentlicher Unterschied zwischen den Proben besteht darin, dass die vergüteten Proben glatt (Bild 66) sind und die nicht vergüteten Proben zusätzlich eine U-Kerbe am Schenkel-Innenradius aufweisen (Bild 77).

Die verwendeten Messwerte für die gekerbten Proben stammen aus einer Untersuchung von Körber [47]. Hierin wurde die Temperatur konstant ( $T=460\text{ °C}$ ) gehalten. Die Zusammensetzung der Zinkschmelze (Gehalt an Legierungselementen) wurde variiert und dabei die Nennspannung in Abhängigkeit der Aufweitung aufgezeichnet (Bild 78). Ebenfalls wurden Referenzversuche in einer Salzschnmelze, wie sie auch im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde, durchgeführt.

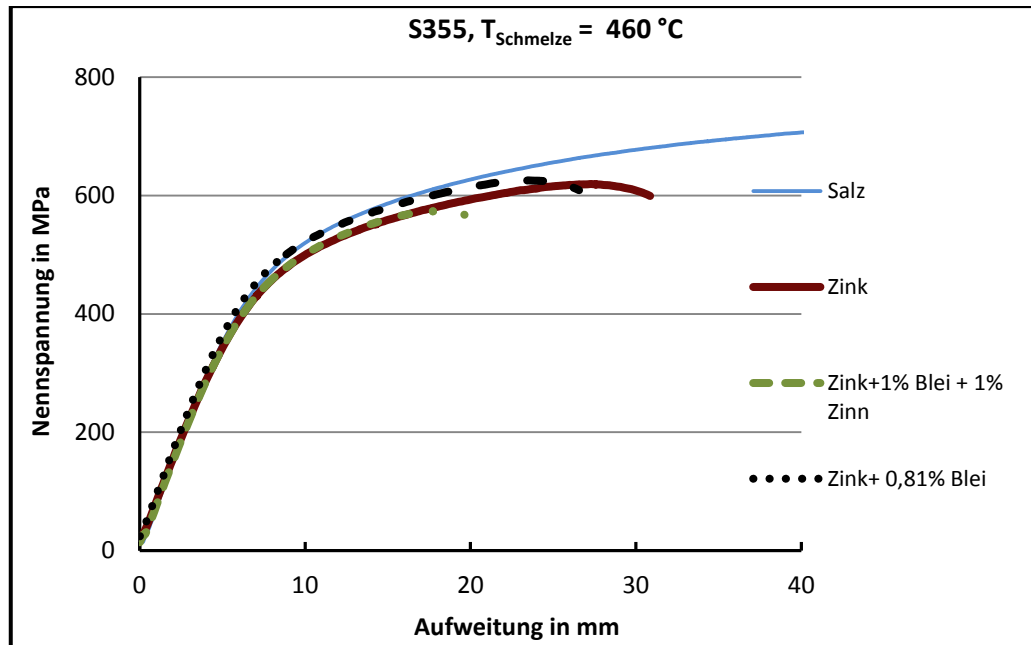


Bild 78: Aufgezeichnete Messwerte in verschiedenen Zinkschmelzen und einer Salzschnmelze [47].

Aus diesen Datensätzen können nicht direkt Steifigkeitskurven abgeleitet werden, weil statt der Kraft die Nennspannungen aufgezeichnet wurden. Da aber zur Ermittlung der Nennspannungen aus der Kraft immer die gleiche Fläche zu Grunde gelegt wird, muss beim Ableiten der Spannungen ebenfalls der oben beschriebene Effekt sichtbar werden. Beim Ableiten der Kurven wurden die Messwerte der Diagramme abermals nur bis zum Maximalpunkt (höchste Kraft bzw. Nennspannung) betrachtet. Auch wurden die Diagramme wieder mit einem geeigneten Filter (Savitzky-Golay Filter [93, 94]) geglättet. Bei den Versuchen in der Salzschnmelze existiert kein lokales Maximum und die Spannung nimmt mit zunehmender Aufweitung stetig zu (Bild 78). Im Gegensatz dazu nehmen die Ableitungen der Nennspannungen im Fall der Zinkschmelze ab einer gewissen Belastung (Aufweitung) deutlich schneller ab.

Somit wurde belegt, dass der oben beschriebene Effekt der schlagartigen Steifigkeitsabnahme tatsächlich durch die Anwesenheit der Zinkschmelze hervorgerufen wird und nicht aus der Probengeometrie resultiert.

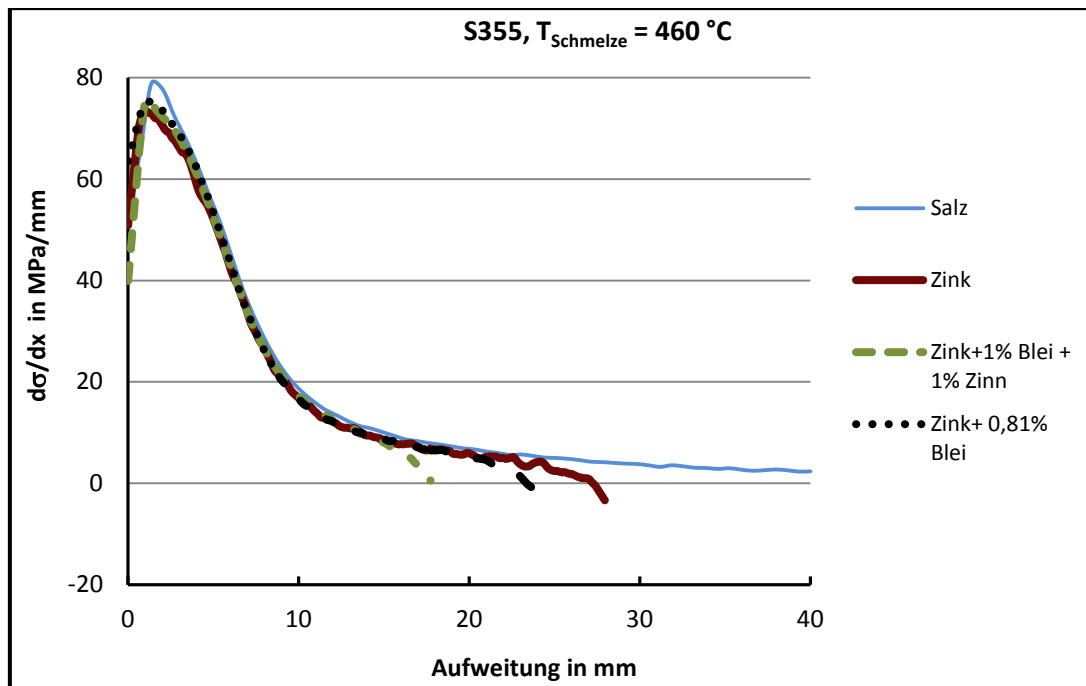


Bild 79: Auftragung der abgeleiteten Nennspannungen aus Bild 78 über der Aufweitung.

Im nächsten Schritt sollte die zugehörige Aufweitung ermittelt werden, um daraus im Kraft-Aufweitungs-Diagramm die zugehörige Kraft zu bestimmen. Somit kann die Nennspannung berechnet werden, ab der es zur Rissbildung kommt. In Abschnitt 7.4 werden hierzu noch statistische Betrachtungen angestellt, um eine ausreichende Absicherung der Ergebnisse und eine konservative Auslegung zu ermöglichen.

## 7.4 Bestimmung der kritischen Belastung

Aus den Steifigkeitskurven kann der Rissinitiierungspunkt abgelesen werden (Punkt E im Bild 76). So wird die kritische Aufweitung bestimmt. Um LMAC während des Feuerverzinkens zu vermeiden, darf die mechanische Beanspruchung niemals oberhalb der Spannung liegen, welche bei dieser kritischen Aufweitung in der Probe vorherrscht. In diesem Kapitel wird die Belastungsgrenze für die Feuerverzinkung durch statistische Auswertung der Rissinitiierungspunkte bestimmt.

Zuerst wurden die zu den Rissinitiierungspunkten der Steifigkeitskurven gehörigen Aufweitungen abgelesen. Anschließend wurden die den Aufweitungen entsprechenden Kräfte im Kraft-Ausweitungs-Diagramm bestimmt (Bild 80).

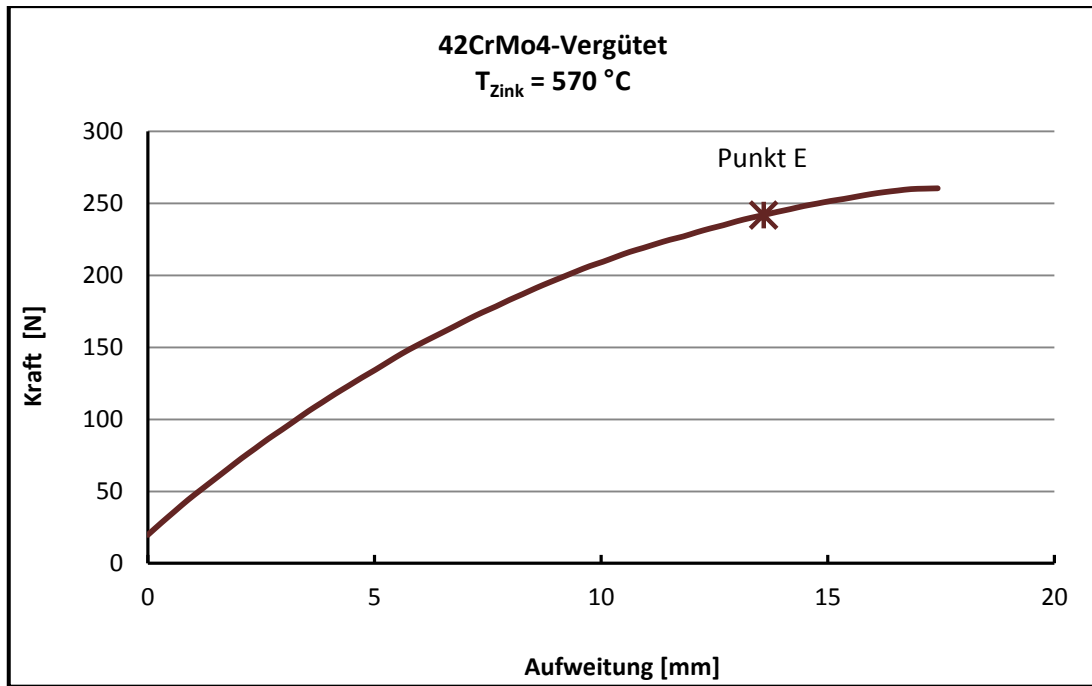


Bild 80: Übertragung des Rissinitiierungspunkt (Punkt E) vom Steifigkeits-Aufweitungs-Diagramm in das Kraft-Aufweitungs-Diagramm

Zu den abgelesenen Rissinitiierungspunkten wurde Mittelwert und Standardabweichung berechnet (Tabelle 12).

Tabelle 12: Die abgelesenen Rissinitiierungspunkte

Versuch Nummer	Aufweitung in mm	Kraft in N
Mittelwert	13,57	242,95
Standardabweichung	0,72	7,47

Aus Mittelwert und Standardabweichung der abgelesenen Rissinitiierungspunkte wurden Dichtefunktion und Verteilungsfunktion der Normalverteilung berechnet. Dabei wurden der Erwartungswert ( $\mu$ ) und die Varianz ( $\sigma^2$ ) durch den Mittelwert ( $\bar{x}$ ) und die korrigierte Stichprobenvarianz ( $s^2$ ) geschätzt. Weiterhin wurde geprüft, wie stark die Ergebnisse von einer Normalverteilung abweichen [95] (Bild 81). Auf Grund der Anzahl der Prüfwerte (abgeleitete Rissinitiierungspunkte,  $n=11$ ) kam der Anderson-Darling-Test zum Vergleich der Verteilung der abgeleiteten Rissinitiierungspunkte mit der Verteilungsfunktion der Normalverteilung zur Anwendung. Dieses Verfahren ist ab einem Stichprobenumfang von acht ( $n \geq 8$ ) gültig [96].

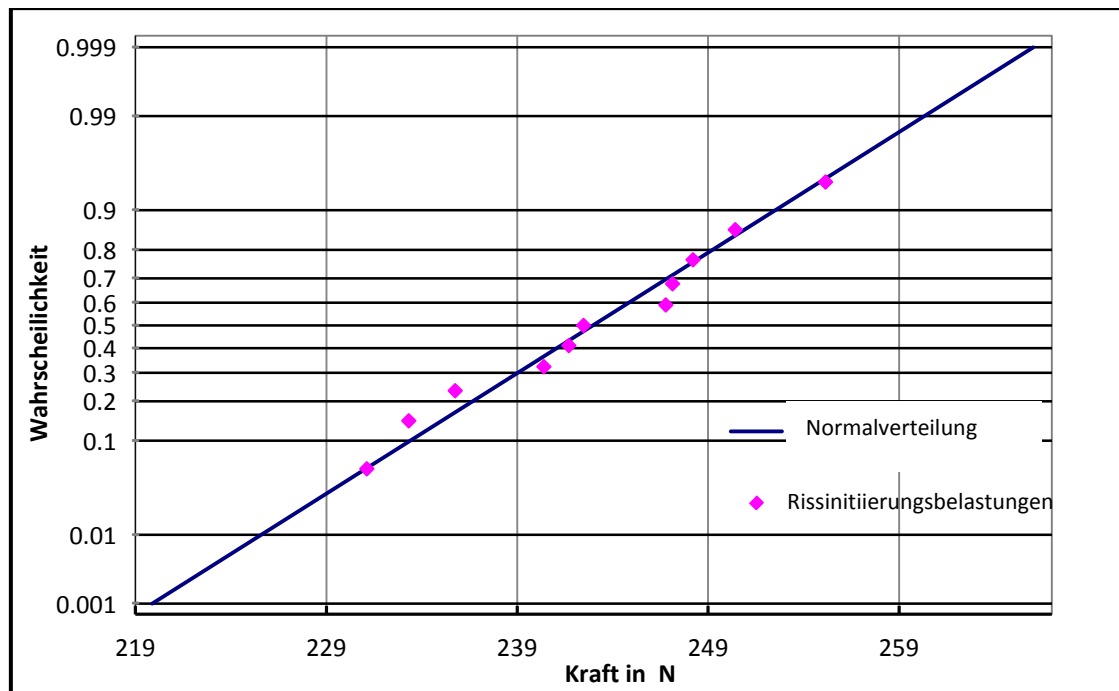


Bild 81: Abbildungen der Verteilungsfunktion der berechneten Normalverteilung und der Verteilungsfunktion der Rissinitiierungspunkte auf einem Wahrscheinlichkeitsnetz.

Wie aus dem Bild 81 deutlich zu erkennen ist, weichen die Werte nur geringfügig von einer angenommenen Normalverteilung ab. Die Abweichungen liegen unterhalb des Signifikanzniveaus. Das Signifikanzniveau für den Anderson-Darling-Test wird üblicherweise mit 5% festgelegt [97]. Der Anderson-Darling-Test zeigt, dass die Nullhypothese (Normalverteilung mit Mittelwert ( $\bar{x}$ ) und korrigierte Stichprobenvarianz ( $s^2$ )) angenommen werden kann. Der Signifikanzwert ( $p$ ) ist größer als das Signifikanzniveau ( $\alpha$ ) ( $p > \alpha = 0,05$ ).

Theoretisch kann aus der Dichtefunktion eine Belastungsgrenze bestimmt werden, sodass für Belastungen unterhalb dieser Grenze die Wahrscheinlichkeit einer LMAC im Bauteil beim Verzinken sehr gering wird.

Um die Belastungsgrenze für das LMAC-rissfreie Feuerverzinken zu bestimmen, wurden weitere Versuche gezielt bis zu bestimmten Belastungspunkten durchgeführt. Diese Belastungspunkte liegen in den verschiedenen Bereichen der Dichtefunktion (Bild 82). Die Bereiche, in denen die Belastungspunkte liegen, hängen von der Standardabweichung der Rissinitiierungspunkte ab. Die Belastungspunkte liegen um den abgeleiteten Mittelwert der Rissinitiierungsbelastungen aus den Versuchen. Sie sind auf sieben Bereiche zwischen  $-5\sigma$  und  $+2\sigma$  verteilt (Bild 82).

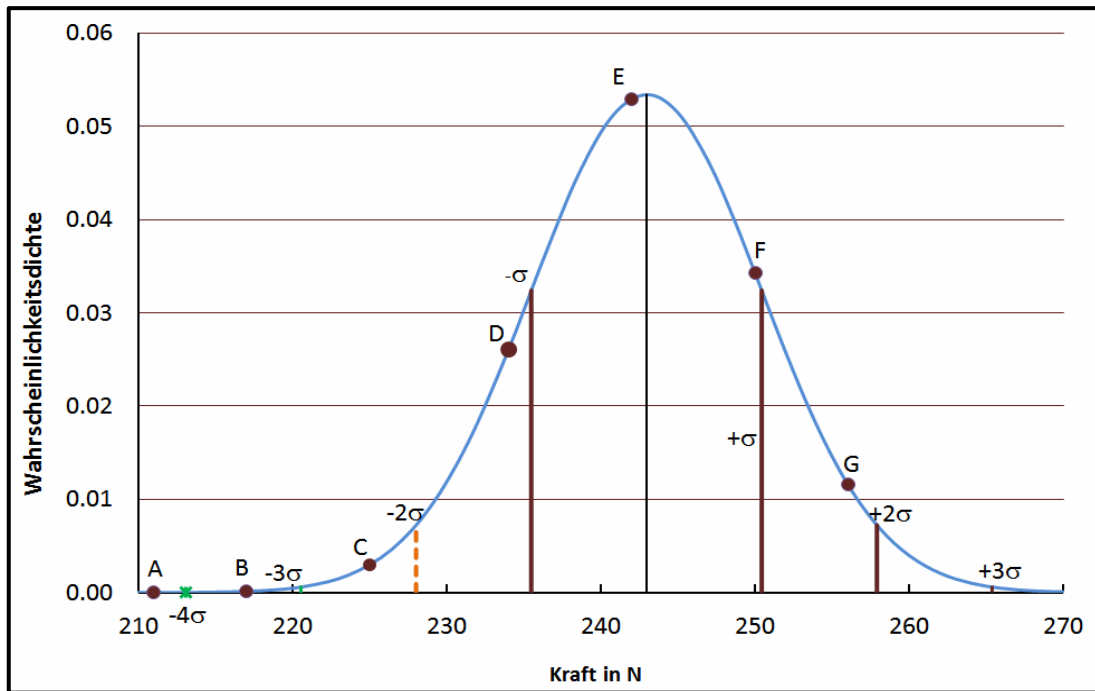


Bild 82: Wahrscheinlichkeitsdichte für LMAC. Die runden Punkte zeigen die Belastungskräfte für Versuche zur Verifizierung der abgeleiteten Rissinitiiierungspunkte.

Zum Vergleich wurde eine Probe in der Salzschnmelze bis zu Punkt E in Bild 82 belastet. Danach wurden alle Proben bei Raumtemperatur bis zu ihrer Zugfestigkeit in einer Universalprüfmaschine auseinandergezogen, um möglicherweise entstandene LMAC-Risse durch Aufweitung sichtbar zu machen. Anschließend wurde aus den Proben metallografische Schlitte hergestellt, die unter dem Lichtmikroskop auf Risse untersucht wurden [90].

Auf den Schliffbildern der in der Salzschnmelze belasteten Probe wurde nur vereinzelt Oberflächenschädigungen beobachtet (Bild 83).

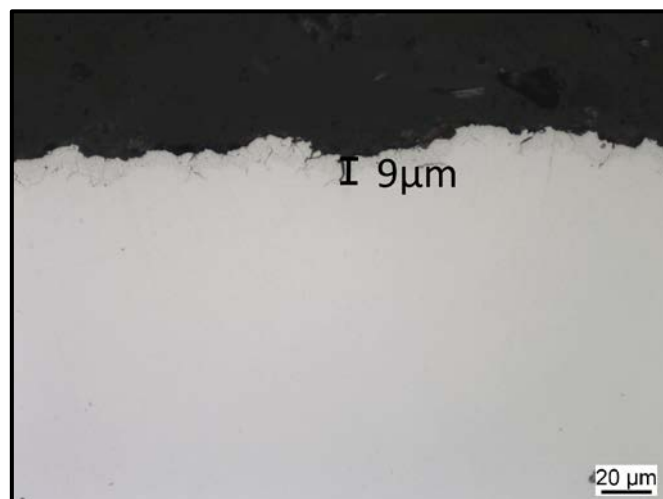


Bild 83: Schliffbild der in der Salzschnmelze belasteten Probe. Die Tiefe der Oberflächenbeschädigung beträgt ca. 9  $\mu\text{m}$ .

Die Tiefe der Oberflächenschädigungen ist deutlich kleiner als die Korngröße des Werkstoffes und beträgt im Mittel  $9\text{ }\mu\text{m}$ . Die Korngröße des Werkstoffes wurde nach DIN EN ISO 643 [98] bestimmt (Bild 84). Die mittlere Korngröße der Proben beträgt  $25\text{ }\mu\text{m}$ .



Bild 84: Die Korngrenzen des Werkstoffes der U-Proben

Auf den Schliiffbildern der in der Zinkschmelze belasteten Proben kann beobachtet werden, dass die Schädigungen vom Belastungsniveau der Probe abhängig sind. Auf den Proben, die im Bereich von  $-5\sigma$  bis  $-3\sigma$  gemäß Bild 82 in der Zinkschmelze belastet wurden (Punkte A und B im Bild 82), sind ähnliche Randschädigungen zu beobachten (Bild 85), wie auf der Probe aus der Salzsäure.

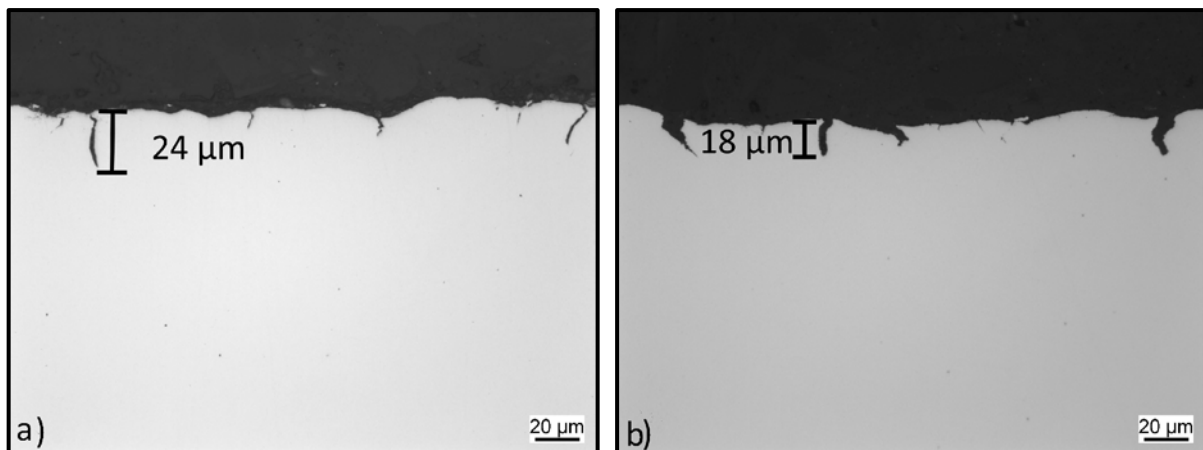


Bild 85: Randschädigungen auf den in der Zinkschmelze belasteten Proben a) Die Probe wurde bis zum Punkt A in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde bis zum Punkt B in Bild 82 belastet.

Die Anzahl der Randschädigungen auf den in der Zinkschmelze belasteten Proben ist allerdings deutlich höher. Auch die Tiefe der Randschädigungen steigt. Sie liegt im Bereich der Korngröße des Werkstoffes.

Auf den in der Zinkschmelze im Bereich von  $-3\sigma$  bis  $-\sigma$  belasteten Proben wurden Korngrenzenschädigungen beobachtet. Die Schädigungen haben im Mittel eine Länge von ungefähr  $65\text{ }\mu\text{m}$  (Bild 86) und verlaufen entlang der Korngrenzen.



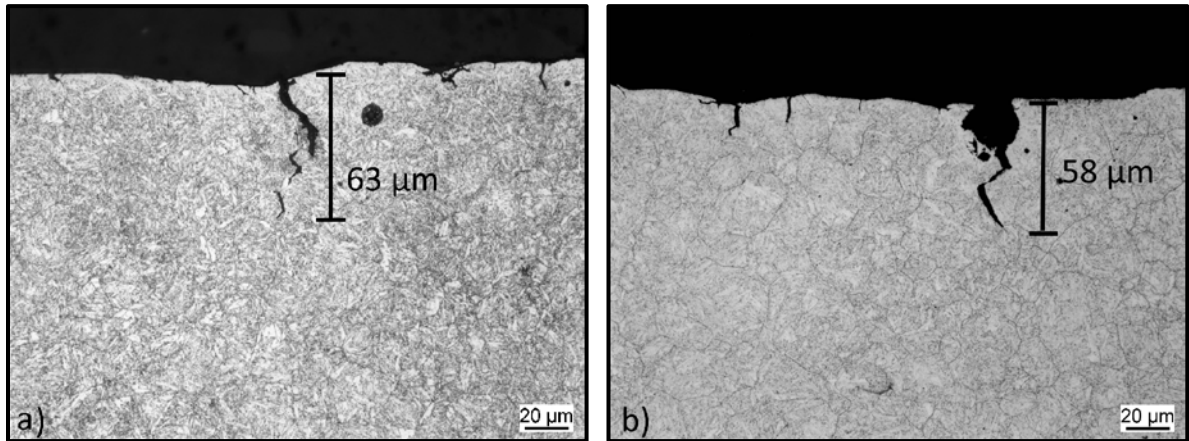


Bild 86: a) Die Probe wurde bis zum Punkt C in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde bis zum Punkt D in Bild 82 belastet. Die Tiefe der Korngrenzen Schädigungen sind größer als zwei mittlere Korndurchmesser.

Mit zunehmendem Belastungsniveau werden also LMAC-Risse in den U-Proben beim Verzinken induziert. Wenn das Belastungsniveau des Punkts E in Bild 82 erreicht ist, werden unter dem Lichtmikroskop deutliche Risse sichtbar. Ab diesem Belastungspunkt nimmt auch die Steifigkeit der Probe in der Zinkschmelze im Vergleich zu den Proben in der Salzsäure schneller ab (Bild 76).

Die Untersuchungen zeigen deutlich, dass die Risse aus zwei Teilen bestehen. Der erste Teil der Risse sieht U-förmig aus. Vom Ende des U-förmigen Teils der Risse verlaufen diese wie ein Schweif in der Probe weiter. Der Schweif ist höchstwahrscheinlich durch weitere Belastung der Probe in Zugmaschine zustande gekommen. Sowohl der U-förmige Teil als auch die Schweife der Risse laufen alle komplett entlang den Korngrenzen des Werkstoffes (Bild 87 a-d).

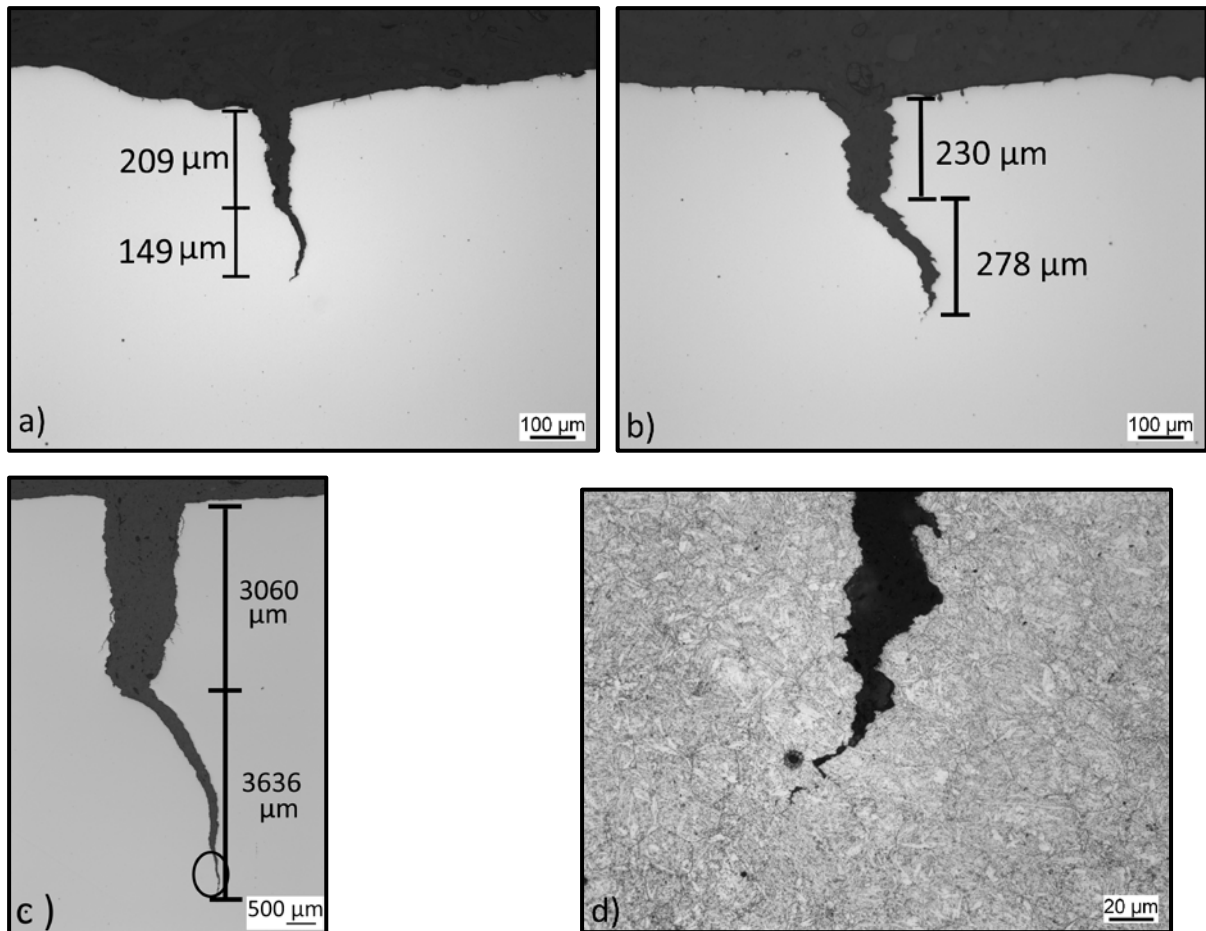


Bild 87: Die induzierten LMAC-Risse bei verschiedenen Belastungsniveaus a) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt E in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt F in Bild 82 belastet. c) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt G in Bild 82 belastet. d) Vergrößerung der Risspitze aus Bild 87c. Auf dem Bild 87c wurde der Bereich mit einem Kreis markiert.

Zusammenfassend kann festgestellt werden:

- Bei Proben, die während des Verzinkens mit einer Belastung unterhalb der  $-3\sigma$ -Grenze beaufschlagt wurden (Punkte A und B in Bild 82), sind nur Randschädigungen feststellbar.
- Die Länge der Randschädigungen befindet sich im Bereich der Korngröße des Werkstoffes (Bild 85a und Bild 85b).
- Steigt die Belastung über die  $-3\sigma$ -Grenze, wachsen die Randschädigungen. Sie verlaufen entlang der Korngrenzen und erreichen im Mittel Längen von  $65 \mu\text{m}$  (Bild 86a und Bild 86b).
- Auf Proben, die bis oder oberhalb der berechneten Anrisschwelle (Bild 76 und senkrechte Linie in Bild 76) belastet wurden, konnten deutliche Risse beobachtet werden (Bild 87a-c). Diese Risse verlaufen alle, wie erwartet, entlang der Korngrenzen (Bild 87d).

Aus diesen Untersuchungen kann geschlossen werden, dass als Auslegungskriterium eine Belastung oberhalb der  $-3\sigma$ -Grenze nicht überschritten werden darf, damit mit ausreichender Sicherheit keine LMAC-Risse beim Feuerverzinken auftreten. Die entstandenen Mikrorisse unterhalb

-3- $\sigma$ -Grenze stellen nur eine geringe Gefahr dar, weil ihre Ausbreitung durch die unterschiedliche räumliche Orientierung benachbarter Geleitebenen behindert wird. Ein Anwachsen zu größeren Rissen oder Rissnetzwerken findet nicht statt [99].

Die Verifizierung der abgeleiteten Rissinitiierungspunkte aus den Steifigkeitskurven (Kapitel 7.3) beschränkt sich in dieser Untersuchung auf den Temperaturbereich von 570 °C. Bei dieser Temperatur liegt der größte Diffusionskoeffizient im gesamten relevanten Temperaturbereich für die Verzinkungsverfahren vor. Daher ist hier auch vom maximalen Schädigungspotenzial durch LMAC auszugehen, weshalb diese Untersuchungstemperatur als maximal kritische Temperatur gewählt wurde [90].

## 7.5 Bestimmung einer Grenzspannung für das Auftreten von LMAC

Die in Kapitel 7.3 ermittelten Kriterien für die Anrisspunkte sind nur für diese Versuche und die verwendeten Probenformen gültig (Bild 88).

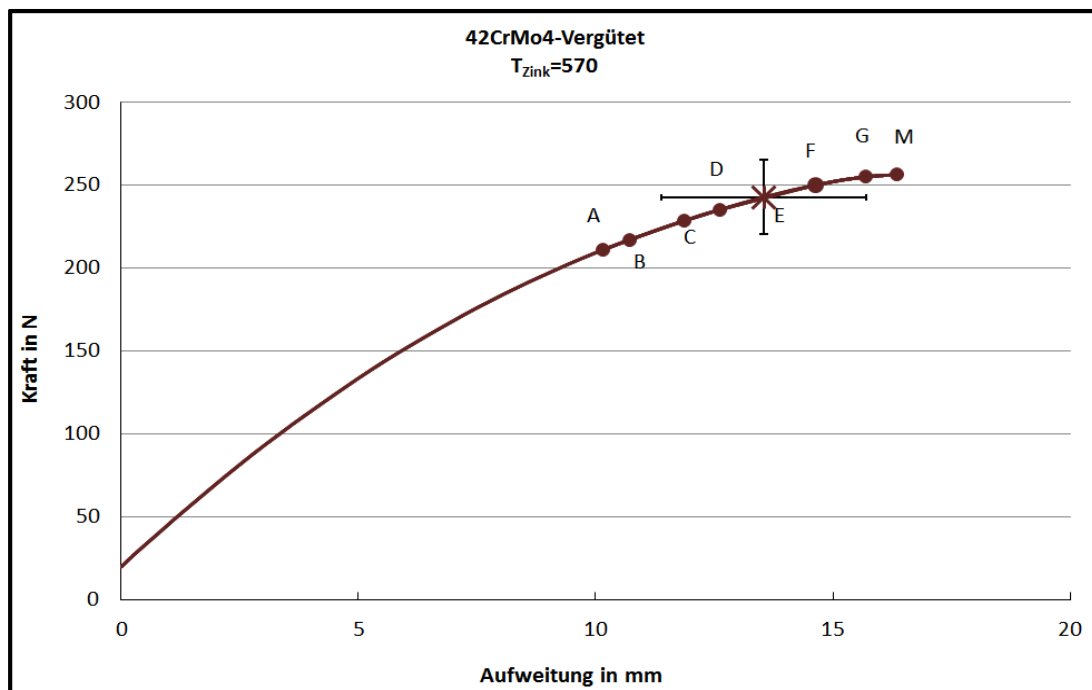


Bild 88: Mittelwert des Kraft-Aufweitung-Diagramms. Die Punkte markieren die Belastungskraft der durchgeführten Versuche auf dem Kraft-Aufweitung-Diagramm. Die Fehlerbalken zeigen die 3 $\sigma$ -Umgebung.

Um diese Ergebnisse zu verallgemeinern, müssen statt der kritischen Kräfte und Aufweitungen die Grenzspannungen und -dehnungen angegeben werden. Dazu wurde der modifizierte Zugversuch mit Hilfe von FEM simuliert (Bild 89). Hierfür kam die Software Abaqus zum Einsatz. Dabei wurden die Arme der U-Probe bei 570 °C bis zur Aufweitung des Punktes M im Bild 88 mit einer konstanten Geschwindigkeit ( $v=0,05$  mm/s) auseinander gezogen.

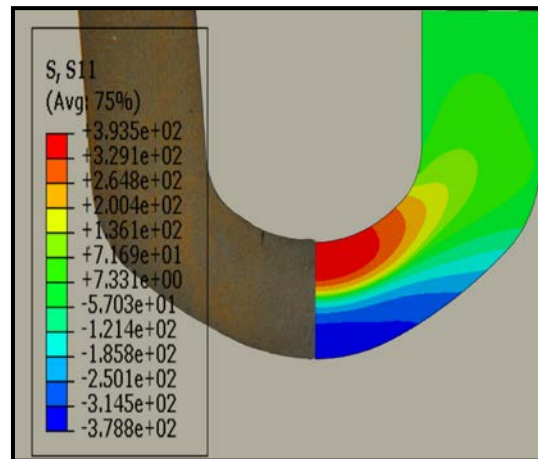


Bild 89: Spannungsverteilung (1. Hauptspannung) in einer U-Probe.

Aus dieser Simulation kann ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm sowie ein Kraft-Aufweitungs-Diagramm erstellt werden (örtliche Betrachtung). Aus dem modifizierten Zugversuch kann wie folgt der Zeitpunkt der Rissinitiiierung (LMAC) berechnet werden:

$$\text{Rissinitiiierung Aufweitung in mm/ Dehnrage in mm/s} = \text{Zeitpunkt der LMAC- Rissinitiiierung in s}$$

So konnte mittels FEM-Rechnungen die zum Zeitpunkt der LMAC-Rissinitiiierung vorherrschende Spannung und Dehnung ermittelt werden (Bild 90).

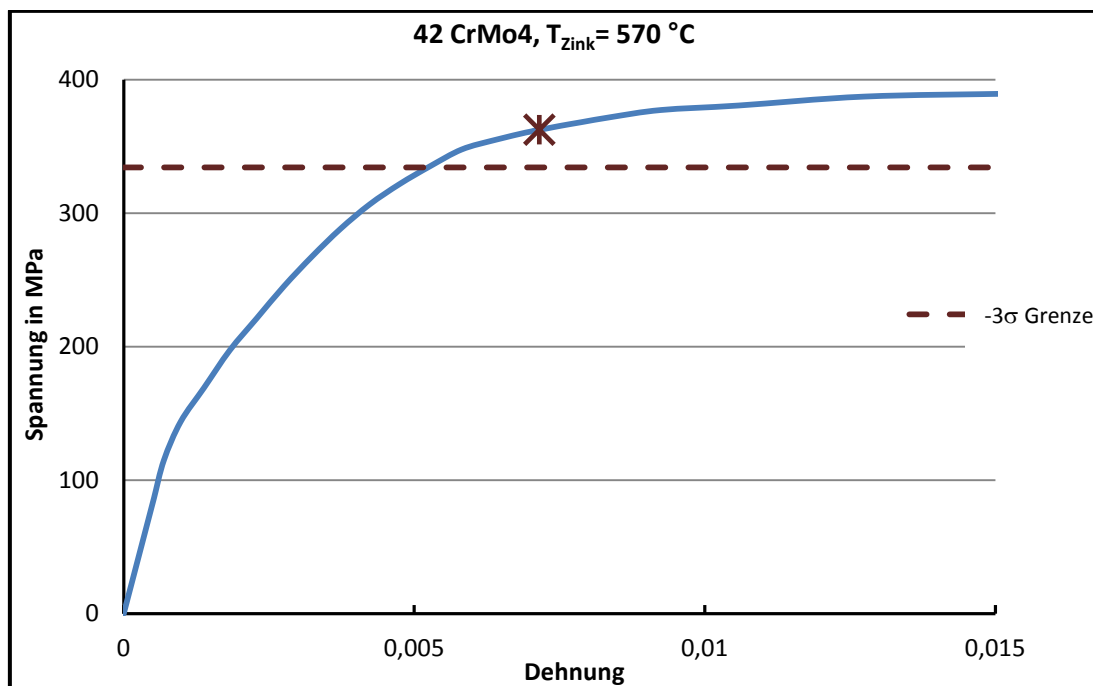


Bild 90: Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Der Stern markiert die vorherrschende Spannung und Dehnung bei LMAC-Rissinitiiierung (Punkt E auf dem Bild 88 ). Die gestrichelt Linie zeigt die  $-3\sigma$  Grenze aus Bild 88.

Sobald die Spannung im Bauteil im Verlauf des Feuerverzinkungs-Prozesses die mit dem Stern markierte Spannung im Spannungs-Dehnungs-Diagramm (Bild 90) überschreitet, werden mit 50%iger Sicherheit LMAC-Risse induziert. Auf den bis zum Punkt E in Bild 88 belasteten Proben wurden Risse mit  $200\ \mu\text{m}$  Tiefe beobachtet. Dagegen zeigten sich auf den Proben, die nur bis zur

gestrichelten Linie in Bild 90 belasteten worden waren, lediglich Mikrorisse. Derart kleine Risse stellen nur eine geringe Gefahr dar, weil ihre Ausbreitung durch die unterschiedliche räumliche Orientierung benachbarter Geleitebenen behindert wird. Ein Anwachsen zu größeren Rissen oder Rissnetzwerken findet nicht statt. Statistisch gesehen ist die Gefahr für eine LMAC sehr klein (0,3%), wenn die Proben nur bis zur gestrichelten Linie in Bild 90 belasteten werden [99].

## 7.6 Anwendung

Die kritische Spannung für LMAC darf beim Feuerverzinken der Bauteile nicht überschritten werden. Oberhalb der kritischen Spannung (gestrichelte Linie in Bild 90) nimmt die Wahrscheinlichkeit, dass ein LMAC-Riss in der Probe induziert wird, signifikant zu. Sie steigt sehr schnell über 50%. Aus den Simulationen in Kapitel 6.3 ist bekannt, dass die höchsten thermisch induzierten Spannungen in der Schraube stets im ersten Gewindegang auftreten. Daher dürfen die induzierten Spannungen, die während des Feuerverzinkens im ersten Gewindegang der Schraube induziert werden, die kritische Spannung nicht überschreiten.

Da der effektive Wärmeübergangskoeffizient  $h_{eff}$  und die mechanischen Werkstoffkennwerte des Stahls 42CrMo4 bekannt sind, können die induzierten Spannungen und Dehnungen in virtuellen Schrauben aus dem Werkstoff 42CrMo4 während des Feuerverzinkens berechnet werden. Durch den Vergleich der hergeleiteten Spannungsgrenze aus den modifizierten Versuchen an U-Proben (gestrichelte Linie in Bild 90) mit den berechneten/simulierten Spannungen während des HT-Verzinkens kann eine theoretische Abmessungsgrenze bestimmt werden, bis zu der eine HT-Verzinkung von Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 aus dem Werkstoff 42CrMo4 ohne die Gefahr einer LMAC möglich ist (Bild 91). Diese Simulationen wurden alle mit dem berechneten Wärmeübergangskoeffizienten für die Schraube M36 durchgeführt und somit die höchsten Spannungen, die in den virtuellen Schrauben (Abmessungen M48 bis M72) induziert werden könnten, konservativ berechnet.

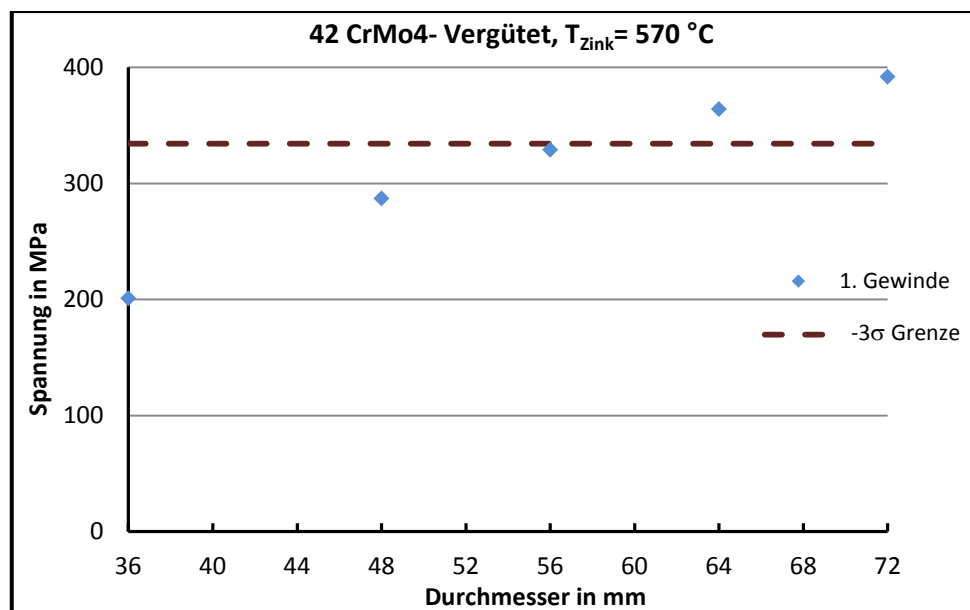


Bild 91: Das Bild zeigt die induzierten maximalen Axialspannungen im ersten Gewindegang beim Feuerverzinken und die  $-3\sigma$ -Grenze.

Aus Bild 91 ist zu erkennen, dass Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 theoretisch bis zur Abmessung M56 ohne Vorwärmen HT-verzinkt werden können (Schraubendurchmessern unterhalb der roten Linie), ohne dass mit LMAC zu rechnen ist. Dieses Ergebnis stimmt sehr gut mit der Grenzabmessung überein, die anhand der durchgeführten Experimente in Kapitel 4 ermittelt wurde.

Mit der vorgestellten Methode ist die Vorhersage von LMAC-Anrissen anhand weniger modifizierter Zugversuche in der Zinkschmelze ohne weitere Untersuchungen möglich. Als weitere Anwendung kann mit Hilfe dieser Methode für jede Stahlsorte ein drei-dimensionales Risikopotenzial-Diagramm für den Feuerverzinkungsprozess erstellt werden (Bild 92). Hierin werden folgende Erkenntnisse berücksichtigt:

- Diese Untersuchungen zeigen, dass beim Feuerverzinken von Stählen die kritische Spannungsgrenze für LMAC mit der Temperaturerhöhung sinkt.
- Die Arbeit von Körber zeigt [47], dass die Gefahr für LMAC mit zunehmender Zinkbadklasse (vor allem durch Anstieg des Gehalts an Zinn) ansteigt. Die Spannungsgrenze für LMAC-freies Feuerverzinken sinkt demzufolge, wenn eine höhere Zinkbadklasse eingesetzt wird.

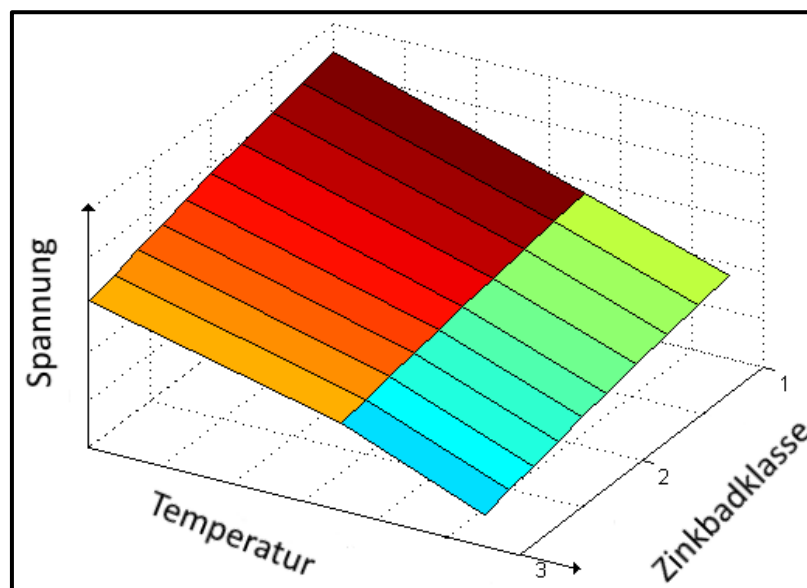


Bild 92: Beispielhaftes Bild für zulässiges Spannungsniveaus, unterhalb derer feuerverzinkte Bauteile frei von LMAC bleiben.

Das dreidimensionale Risikopotenzial-Schaubild gibt an, ab welcher Spannung in Abhängigkeit von Feuerverzinkungstemperatur und Zinkbadklasse mit LMAC zu rechnen ist. So kann bereits im Vorhinein (d.h. während der Konstruktion und Auslegung) überprüft werden, ob ein Bauteil unkritisch feuerverzinkt werden kann. Gegebenenfalls können dann Randbedingungen angepasst werden.

Falls für ein Bauteil aufgrund der Risikopotenzialanalyse tatsächlich die Gefahr von LMAC vorliegt, kann z.B. eine andere Zinkbadklasse gewählt werden. Sollte dies nicht möglich sein, ist die Reduzierung des LMAC-Risikos durch Absenkung der Feuerverzinkungstemperatur oder die Verringerung der thermisch induzierten Spannungen durch Anpassung der Konstruktion möglich. Im Fall von Schrauben ist die Anwendung konstruktiver Maßnahmen allerdings stark

---

eingeschränkt, weil es sich um ein Normteil mit weitestgehend vorgegebener Geometrie handelt.

Zu beachten ist, dass es sich bei der Darstellung im Bild 92 um ein Risikopotenzial-Schaubild handelt. Es kann also nicht absolut und allgemeingültig erwartet werden, dass bei Unterschreitung der angegebenen Grenzen im Diagramm keine LMAC-Risse auftreten. Aufgrund der Art und Weise, wie das Diagramm ermittelt wurde, gilt eine Sicherheit von  $3\sigma$ . Die Gefahr von LMAC liegt also für die unterkritischen Bereiche im Diagramm bei unter 0,3% (=100%-99,7%).

Weitere Faktoren, die das Auftreten von LMAC begünstigen können, wurden bei der Erstellung des Risikopotenzial-Schaubildes nicht berücksichtigt. Der wichtigste Faktor ist die Wirkung des Bauschingereffekts auf die kritischen Spannungen. Weitere Faktoren sind beispielsweise Ungängen im Werkstoff, die als innere Kerben wirken und zu Spannungsüberhöhungen führen oder fertigungsinduzierte Zugspannungen, sodass Rissbildung auch unterhalb der angegebenen Grenzwerte möglich sein kann.





---

## 8 Zusammenfassung

---

Im **ersten Hauptziel** wurden erstmals die Anwendungsgrenzen für das Feuerverzinken von HV-Schrauben großer Abmessungen experimentell ermittelt, bis zu der Schrauben großen Durchmessers M56 sowohl im NT- als auch im HT-Verfahren ohne das Risiko einer LMAC feuerverzinkt werden können. Für die HT-Verzinkung wurden Schrauben mit den Durchmessern 36 mm, 48 mm, 56 mm, 64 mm und 72 mm untersucht. Für die NT-Verzinkung beschränkte sich die Untersuchung auf Schrauben mit den Durchmessern 36 mm, 48 mm und 72 mm. Darüber hinaus wurde der Einfluss einer Vorwärmung auf die LMAC untersucht.

Mit den durchgeführten Untersuchungen liegen nun erstmals wissenschaftlich-technisch abgesicherte Erkenntnisse für das Feuerverzinken von Schrauben bis zur Abmessung M72 vor. Demnach wurden bis zur hier untersuchten Grenzabmessung von M72 für alle im Rahmen der NT-Verzinkung betrachteten Parameter **keine LMAC-Risse** festgestellt. Im Fall der HT-Verzinkung konnte nur mit Vorwärmen eine Rissfreiheit bis zur Abmessung M72 erzielt werden, ohne Vorwärmen wurden nur Abmessungen bis M56 ohne LMAC-Risse feuerverzinkt. Neben der für aktuelle Anwendungen wichtigen Absicherung, dass bei Anwendung des NT-Verfahrens für die hier betrachteten Parameter kein Gefährdungspotenzial für LMAC-Risse besteht, bilden die experimentellen Untersuchungen die Basis, die bisherige Grenzabmessung von M24 für die HT-Verzinkung zu erweitern.

Das **zweite Hauptziel** stellte die Modellierung der beim Verzinken auftretenden Spannungen (bzw. Dehnungen) dar. Dazu wurden aus Schrauben mit den Abmessungen M36 und M72 Modellproben mit unterschiedlicher Geometrie für die experimentelle Bestimmung von Temperatur-Zeit-Verläufen beim Feuerverzinken hergestellt. Es wurden Temperaturmessungen durchgeführt, die mit parallel stattfindenden Simulationen verglichen wurden. Durch Anpassungen der Wärmeübergangskoeffizienten im Modell sollte die Simulation mit den realen Messungen zur Deckung gebracht werden.

Hierbei wurden folgende Erkenntnisse gewonnen:

- Die effektiven Wärmeübergangskoeffizienten sind in den ersten Sekunden geringer und steigen für die verbleibende Zeit des Feuerverzinkungsprozesses auf einen höheren Wert an. Als ursächlich für dieses Verhalten wird die langsame Eintauchgeschwindigkeit der Probe in die Zinkschmelze, bedingt durch den komplexen Messaufbau für die Temperaturmessung, angesehen. Auch wenn in der Verzinkungspraxis schnellere Tauchgeschwindigkeiten realisiert werden, ist bei realen Bauteilverzinkungen ein ähnlicher Effekt in einer geringeren Ausprägung zu erwarten.
- Die errechneten effektiven Wärmeübergangskoeffizienten sind für kleinere Schraubendurchmesser höher als für größere Durchmesser. Dies ist auf die Wechselwirkung zweier physikalischer Größen zurückzuführen. Der Einflussfaktor ist die mit dem flüssigen Zink in Kontakt stehende Oberfläche des Bauteils, so dass mit abnehmender Kontaktfläche ein größerer Wärmeübergang stattfinden kann ( $h = \frac{\dot{Q}}{A(T_{\text{Zink}} - T_{\text{Schraube}})}$ ). Der gegenläufige Einflussfaktor ist die Bauteilmasse, die mit zunehmendem Schraubendurchmesser entsprechend steigt. Mit zunehmendem Bauteilgewicht kommt es insbesondere im Initialstadium der Verzinkung zu einer größeren Massenbelegung der Oberfläche mit Zink, die die Wärmezufuhr aus der Zinkschmelze ins Bauteilinnere verlangsamt.

- Der berechnete effektive Wärmeübergangskoeffizient hängt weiterhin von geometrischen Merkmalen ab. So nimmt dieser bei Proben der Form G (siehe Bild 41, Bild 47, Bild 50 und Bild 51) systematisch kleinere Werte an als bei den Proben der Formen A und K. Es wird angenommen, dass bei Proben der Form G eine größere Massenbelugung mit Zink im Gewindegrund stattfindet als bei glatten Proben Form A. Dadurch wird an dieser Stelle weniger Wärmeenergie aus der Zinkschmelze auf die Probenoberfläche übertragen. Außerdem kann im Gewindegrund die thermische Konvektion der Zinkschmelze gegenüber einer glatten Oberfläche verringert sein.

Die Wärmeübergangskoeffizienten wurden experimentell nur für die betrachteten Grenzdurchmesser M36 und M72 untersucht. Für die dazwischenliegenden Größen wurde der effektive Wärmeübergangskoeffizient durch lineare Interpolation bestimmt. Die Plausibilität der linearen Interpolation wurde durch Spannungs-Simulationen überprüft. Dabei zeigt sich, dass sich zwar mit abnehmendem Probendurchmesser höhere Wärmeübergangskoeffizienten ergeben, aber die induzierten Temperaturgradienten in den Proben mit kleineren Durchmessern kleiner sind als in den Proben mit größeren Durchmessern. Dadurch sind die rechnerisch ermittelten Spannungen im Bauteil geringer. Diese Ergebnisse werden durch die Praxisversuche bestätigt, da es bei den kleineren Schraubenabmessungen zu keiner Rissbildung kam.

Die rechnerische Analyse der Spannungen zeigt, dass im Gewindebereich deutlich höhere Spannungen als am Kopf-Schaft-Übergang auftreten, wobei die höchsten Spannungen in dem ersten voll ausgebildeten Gewindegang induziert werden. Die im Gewindebereich entstehenden Spannungen können bereits bei der Abmessung M36 lokale plastische Deformationen bewirken. Die plastischen Verformungen werden mit zunehmendem Durchmesser größer. Durch eine Vorwärmung auf 250 °C können diese signifikant (um 55%) reduziert werden. Insgesamt zeigen die rechnerisch ermittelten Spannungen eine sehr gute Übereinstimmung mit den Praxisversuchen zur Rissbildung und sind damit für die Analyse und Bewertung von nicht experimentell abgeprüften Parametern, die zwischen den jeweils berücksichtigten Grenzparametern liegen, geeignet (z.B. Vorwärmtemperatur).

**Als drittes Hauptziel** wurde die kritische Spannung für die LMAC anhand der modifizierten Zugversuche berechnet. Dadurch kann die Gefahr einer LMAC beim Feuerverzinken im Vorhinein abgeschätzt werden. Um ein entsprechendes Kriterium zu ermitteln, unter welchen Bedingungen mit LMAC zu rechnen ist, wurden modifizierte Zugversuche an vergüteten U-Proben in zwei unterschiedlichen Schmelzen (Salz- und Zinkbad) durchgeführt. Somit konnten Schäden, die durch die reine mechanische und thermische Belastung auftreten, von den durch die Anwesenheit von schmelzflüssigem Zink hervorgerufenen LMAC-Schäden differenziert werden. LMAC-Risse wurden dabei nur bei den modifizierten Zugversuchen in der Zinkschmelze beobachtet. Aus den im Versuch aufgenommenen Kraft-Aufweitungs-Diagrammen wurden Steifigkeits-Aufweitungs-Diagramme abgeleitet. Durch Vergleich der Steifigkeit-Aufweitungs-Diagramme aus der Salz- und Zinkschmelze konnte der LMAC-Riss-Initiierungspunkt identifiziert werden, der sich durch einen abrupten Abfall der Steifigkeit auszeichnet. Mittels statistischer Betrachtungen wurde eine kritische Belastungsgrenze definiert, unterhalb derer eine LMAC unwahrscheinlich ist. Diese so definierte Belastungsgrenze wurde durch experimentelle Untersuchungen abgesichert. Darüber hinaus konnte mittels FEM-Rechnungen die zum Zeitpunkt der LMAC vorherrschende Spannung ermittelt werden.

Mit dieser Spannungsgrenze wurden die beim Feuerverzinken induzierten Spannungen im ersten Gewindegang von virtuellen Schrauben verschiedener Abmessungen mittels FEM-Berechnungen

---

verglichen. Dabei ergab sich eine theoretische Obergrenze von M56, bis zu der beim HT-Verzinken selbst ohne Vorwärmung nicht mit LMAC zu rechnen ist. Dieses Ergebnis deckte sich mit den Versuchsergebnissen aus der Feuerverzinkung realer Schrauben, bei denen LMAC-Risse erst bei der HT-Verzinkung ohne Vorwärmen ab Abmessung M64 beobachtet wurden.

Aufgrund der sehr guten Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation ist die beschriebene Vorgehensweise grundsätzlich zur Ermittlung einer Spannungsgrenze geeignet, um die rissfreie Verzinkung von Schrauben großer Abmessungen sicherzustellen.

Die drei Hauptziele der Arbeit bildeten die Grundlage für das **Gesamtziel**, der Erstellung eines Risikopotenzial-Schaubilds. Dieses definiert in Abhängigkeit von Werkstoff, Verzinkungstemperatur und Zusammensetzung der Zinkschmelze die Bereiche, in denen eine rissfreie Verzinkung möglich ist und erhöht damit signifikant die Sicherheit feuerverzinkter Bauteile. Die Entwicklung des dreidimensionalen Risikopotenzial-Schaubilds wurde exemplarisch für eine Zinkschmelze der Zinkbadklasse 1 und einen Werkstoff durchgeführt.



---

## 9 Ausblick

---

Bisher unberücksichtigt blieb der Einfluss einer Kaltverformung von Bauteilbereichen vor der Feuerverzinkung. Bei schlussvergüteten Gewinden ist dieser Einfluss vernachlässigbar, da die durch das Gewindewalzen eingebrachten Spannungen beim Vergütungsprozess abgebaut werden. Allerdings werden zunehmend Gewinde schlussssgewalzt, um durch die eingebrachten Druckeigenspannungen die Dauerhaltbarkeit der Schraube zu steigern. Bislang ist nicht klar, ob die so eingebrachten Eigenspannungen die Spannungsgrenze für die LMAC erhöhen oder erniedrigen.

Bei der HT-Verzinkung konnte mit der beschriebenen Methode eindeutig eine Spannungsgrenze bestimmt werden, ab der die Gefahr einer LMAC besteht. Bei der NT-Verzinkung war der abrupte Abfall der Steifigkeitskurven im modifizierten Zugversuch in der Zinkschmelze weniger deutlich zu erkennen. Dies weist darauf hin, dass die NT-Verzinkung unter den verwendeten Bedingungen weniger sensibel gegenüber LMAC ist. Um dies nachzuweisen, sind allerdings weitere Versuche nötig.

Zur Weiterentwicklung des dreidimensionalen Risikopotenzial-Diagramms sollten weitere Werkstoffe und Zinkbadklassen untersucht werden. Dadurch wird es möglich, bereits während der Konstruktion und Auslegung das LMAC-Risiko für das jeweilige Bauteil abzuschätzen. Dieses kann dann individuell durch werkstofftechnische oder konstruktive Maßnahmen, oder eine Anpassung der Feuerverzinkungsparameter (Zinkbadklasse, Vorwärmung, Eintauchgeschwindigkeit, ...) reduziert werden.

Eine systematische Untersuchung des Einflusses der beim Feuerverzinken von Schrauben auftretenden mehrachsigen Spannungszustände und des Bauschinger-Effekts auf den LMAC-Rissinitiierungspunkt steht noch aus. Im Rahmen dieser Arbeit wurde mit U-Proben ausschließlich die einaxiale Beanspruchung betrachtet. Exemplarisch wurde die Methode zur Ermittlung der Spannungsgrenze auch an anderen Versuchsdaten ausprobiert, bei denen modifizierte Zugversuche an Proben bei mehrachsiger Beanspruchung durchgeführt wurden. Erste Ergebnisse zeigen, dass die Methode auch hier anwendbar ist. Wie sich die Spannungsgrenze in Abhängigkeit eines mehrachsigen Spannungszustands und des Bauschinger-Effekts ändert, ist noch zu untersuchen.



---

## Literaturverzeichnis

---

- [1] L. Fried, Global wind statistics 2016, GWEC GLOBAL WIND ENERGY COUNCIL, **2016**, 1–4.
- [2] B. Klein, Leichtbau-Konstruktion, Vieweg, Wiesbaden, **2007**.
- [3] K.-H. Kloos, W. Thomala, Schraubenverbindungen, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, **2007**.
- [4] DIN EN ISO 1461, Durch Feuerverzinken auf Stahl aufgetragene Zinküberzüge (Stückverzinken)- Anforderungen und Prüfungen, Barth, Berlin, **2009-10**.
- [5] P. Maass, P. Peissker, C. Ahner, Handbook of hot-dip galvanization, Wiley-VCH, Weinheim, **2011**.
- [6] R. Feix, G. Valtinat, Abwürguntersuchungen an hochtemperaturverzinkten hochfesten Schrauben der Festigkeitsklasse 12.9., Schlussbericht zum AIF-Forschungsvorhaben Nr. 6503/II ;Institut für Stahlbau und Holzbau,, **1989**.
- [7] K. H. Kloos, W. Schneider, Untersuchungen zur Anwendbarkeit feuerverzinkter Schrauben der Festigkeitsklasse 12.9, VDI-Z 125, **1983**, 101–109.
- [8] K. H. Kloos, R. Landgrebe, W. Schneider, Untersuchungen zur Anwendbarkeit hochtemperaturverzinkter HV-Schrauben der Festigkeitsklasse, 10.9. VDI-Z 128, **1986**, 98–108.
- [9] K. H. Kloos, B. Kaiser, W. Schneider, Hochtemperaturverzinkung von 12.9-Schrauben., Hochtemperaturverzinkung von 12.9-Schrauben. Schlußbericht zum AIF-Forschungsvorhaben NI. 6503/I; Institut für Werkstoffkunde, TH Darmstadt, **1989**.
- [10] K. H. Kloos, W. Schneider, Hochtemperaturverzinkung von 12.9-Schrauben, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **1990**, 295–304.
- [11] Beyer S., Dünkel V., R. Landgrebe, Dehnungsinduzierte Spannungsrisskorrosion in der Flüssigzinkphase bei der Hochtemperaturverzinkung von HV-Schrauben der Festigkeitsklasse 10.9 mit großen Abmessungen, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **1994**, 158–166.
- [12] Richtlinie für die Herstellung feuerverzinkter Schrauben, **2009-07**.
- [13] U. Hasselmann, Flüssigmetallinduzierte Rißbildung bei der Feuerverzinkung hochfester HV-Schrauben großer Abmessung infolge thermischen bedingter Zugeigenspannungen, **1997**.
- [14] J. Adelmann, D. Körber, R. Landgrebe, C. Berger, Ein neues Prüfverfahren zur Untersuchung der Rissbildung beim Feuerverzinken von Stahl, MP, **2010**, 52, 578–587.
- [15] Ermittlung des Einflusses der Verzinkungsbedingungen, insbesondere der Zusammensetzung der Zinkschmelze (Pb, Ni, Sn, Al), der Tauchdauer und des Abkühlverlaufes, auf die Haftfestigkeit und das Bruchverhalten von Zinküberzügen nach DIN 50976 bzw. DIN EN ISO 1461, Gemeinschaftsausschuss Verzinken e. V., Düsseldorf, **2000**.
- [16] T. Pinger, Zur Vermeidung der Rissbildung an Stahlkonstruktionen beim Feuerverzinken unter besonderer Berücksichtigung der flüssigmetallinduzierten Spannungsrisskorrosion, Shaker, Aachen, **2009**.
- [17] DIN EN 10346, Kontinuierlich schmelztauchveredelte Flacherzeugnisse aus Stahl zum Kaltumformen, Beuth, Berlin, **2015-10**.
- [18] DIN EN 10244, Stahldraht und Drahterzeugnisse - Überzüge aus Nichteisenmetall auf Stahldraht - Teil 2: Überzüge aus Zink oder Zinklegierungen, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **2009-08**.
- [19] DIN EN 10240, Innere und/oder äußere Schutzüberzüge für Stahlrohre, Beuth, Berlin, **1998-02**.
- [20] DIN EN ISO 12944-4, Korrosionsschutz von Stahlbauten durch Beschichtungssysteme Teil

- 4: Arten von Oberflächen und Oberflächenvorbereitung, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **1998-06**.
- [21] Korrosionsschutz durch Feuerverzinken (Stückverzinken), Stahl-Information-Zentrum, Düsseldorf, **2001**.
- [22] H. G. Germscheid, Die Entwicklung von Reinigungs- und Entfettungsmitteln für die Metallindustrie, Metalloberfläche, 1975, 183–187.
- [23] VDI-Richtlinie 2579, Emissionsminderung Feuerverzinkungsanlagen, Verein Deutscher Ingenieure, Düsseldorf, **2008-05**.
- [24] W. Dahl, Untersuchungen zur Wasserstoffversprödung von Stahl, Westdeutscher Verlag GmbH, Opladen, **1979**.
- [25] Schumann, H.; Oettel, H. (Hrsg.), Metallografie, 14. Aufl., Weinheim, Wiley-VCH, **2009**.
- [26] I. Schröder-Rentrop, R. Landgrebe, C. Berger, U. Hasselmann, Entwicklung eines praxisgeeigneten Prüfverfahrens zur Bewertung des Wasserstoffgefährdungspotenzials von Salzsäurebeizen und zum Vergleich der Wirksamkeit von Inhibitoren, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **2005**, 36, 731–747.
- [27] W.-D. Schulz, M. Thiele, Feuerverzinken von Stückgut, Leuze, Bad Saulgau, **2012**.
- [28] DIN EN ISO 10684, Verbindungselemente – Feuerverzinkung, Beuth, Berlin, **2011-09**.
- [29] D. Horstmann, Zum Ablauf der Eisen-Zink-Reaktionen, GAV e. V., **1991**, Düsseldorf, 11–30.
- [30] H. Bablik, F. Götzl, Korrosion und Metallschutz, Metallwirtschaft, 1940, 1141–1143.
- [31] G. Merzenich, Entwicklung eines europäischen Verkehrslastmodells für die Bemessung von Strassenbrücken, RWTH, Aachen, **1994**.
- [32] M. Feldmann, Zur Rotationskapazität von I-Profilen statisch und dynamisch belasteter Träger, RWTH, Aachen, **1994**.
- [33] M. Thiele, Die Schichtbildung beim Feuerverzinken und die Eigenschaften der Zinküberzüge, Technische Universitaet Bergakademie Freiberg Universitaetsbibliothek "Georgius Agricola", **2010-08-23**.
- [34] R. W. Sandelin, Galvanizing characteristics of different types of steel, Wire and Wire, **1940**, 15, 655–676.
- [35] V. A. R. B., O. van W. J., High-temperature batch hot-dip galvanizing, Surface and Coatings Technology, **1997**, 132–142.
- [36] G. Vourlias, N. Pistofidis, D. Chaliambalias, K. Chrissafis, et al., Resistance of zinc thermal sprayed coatings on different corrosive environments, J Therm Anal Calorim, **2007**, 87, 401–409.
- [37] DIN EN ISO 898-1, Mechanische Eigenschaften von Verbindungselementen aus Kohlenstoffstahl und legiertem Stahl – Teil 1: Schrauben mit festgelegten Festigkeitsklassen – Regelgewinde und Feingewinde, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **2009-08**.
- [38] DIN EN 14399-4, Hochfeste vorspannbare Garnituren für Schraubverbindungen im Metallbau - Teil 4: System HV - Garnituren aus Sechskantschrauben und -muttern; Deutsche Fassung, Beuth, Berlin, **2015-09**.
- [39] Richtlinie VDI 2230, Systematische Berechnung hochbeanspruchter Schraubenverbindungen - Zylindrische Einschraubenverbindungen, Beuth, **2015-11**.
- [40] U. Hasselmann, H. Speckhardt, Flüssigmetallinduzierte Rissbildung bei der Feuerverzinkung hochfester HV-Schrauben großer Abmessungen infolge thermisch bedingter Zugeigenspannungen, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **1997**, 28, 588–598.
- [41] S. P. Lynch, Environmentally assisted cracking, Acta Metallurgica, **1988**, 36, 2639–2661.



- 
- [42] M. L. Martin, T. Auger, D. D. Johnson, I. M. Robertson, Liquid-metal-induced fracture mode of martensitic T91 steels, *Journal of Nuclear Materials*, **2012**, 42, 71–77.
- [43] J. A. Kargol, D. L. Albright, The effect of relative crystal orientation on the liquid metal induced grain boundary fracture of aluminum bicrystals, *MTA*, **1977**, 8, 27–34.
- [44] R. R. Hough, R. Rolls, The high-temperature tensile creep behaviour of notched, pure iron embrittled by liquid copper, *Scripta Metallurgica*, **1970**, 4, 17–23.
- [45] E. E. Glickman, On the Role of Stress, Strain and Diffusion in Dissolution – Condensation Mechanism of Liquid Metal Embrittlement, *Defect and Diffusion Forum*, **2007**, 26, 141–149.
- [46] M. H. Kamdar, Fracture in Liquid Metal Environments, TECHNICAL REPORTARLCB-TR-8S013, **1985**.
- [47] D. Körber, Einflussgrößen auf die flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion beim Feuerverzinken, **2012**.
- [48] T. Kinstler, Status Report on the Cracking of Copes in Galvanized Structural Beams, Metalplate Galvanizing, Inc., Limited and internal circulation.
- [49] A. R. Westwood, C. M. Preece, M. H. Kamdar, Adsorption-induced brittle fracture in liquid metal environments, MARTIN MARIETTA CORP BALTIMORE MD RESEARCH INST FOR ADVANCED STUDIES, **1967**.
- [50] L. A. Pohl M., Flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion: Schadensmechanismen und ihre Auswirkungen, *Tagung Werkstoffprüfung Neu-Ulm*, **2007**, 25–34.
- [51] M. Feldmann, D. Ulbrich, G. Breitschaft, Aktuelle Forschungsergebnisse zur Rissbildung in feuerverzinkten Stahlkonstruktionen, *DIBt Mitteilungen*, **2009**, 40, 78–84.
- [52] DAST-Richtlinie 022, Feuerverzinken von tragenden Stahlbauteilen, Institut Feuerverzinken, Düsseldorf, **2009**.
- [53] M. Feldmann, T. Pinger, G. Sedlacek, D. Tschickardt, Die neue DAST-Richtlinie zur Vermeidung von Rissbildung beim Feuerverzinken, *Stahlbau*, **2008**, 77, 734–742.
- [54] VDI 3822 Blatt 1.6, Schadensanalyse - Flüssigmetallinduzierte Rissbildung beim Stückverzinken, Beuth, **2010-11**.
- [55] G. Coen, Behavior of structural steels in liquid lead-bismuth, for ADS nuclear facilities, Master thesis, **2008**.
- [56] P. J. Fernandes, D. R. Jones, Specificity in liquid metal induced embrittlement, *Engineering Failure Analysis*, **1996**, 3, 299–302.
- [57] S. G. Keller, Stress intensity factor dependence of Hg-Al liquid metal embrittlement [sic], University of Central Florida, Orlando, Fla., **2009**.
- [58] Stoloff N. S., Johnston T. L., Crack Propagation in a Liquid Metal Environment., *Acta Metallurgica*, **1963**, 251–256.
- [59] D. A. Wheeler, R. G. Hoagland, J. P. Hirth, Evidence for Crack Tip Oxidation Effects During the Liquid Metal Embrittlement of AA 7075 Aluminum Alloy by Mercury, *Corrosion*, **1989**, 45, 207–212.
- [60] Westwood A. R. C., Kamdar M. H, Concerning Liquid Metal Embrittlement, particularly of Zinc Monocrystals by Mercury, *Philosophical Magazine*, **1963**, 787–804.
- [61] S. P. Lynch, Failures of engineering components due to environmentally assisted cracking, *Practical Failure Analysis*, **2003**, 3, 33–42.
- [62] J. Schuster, Risse in feuerverzinkten Konstruktionen - Neue Überlegungen zum Bildungsmechanismus. Die Verbindungs Spezialisten, **2009**, 368–375.
- [63] R. J. Wanhill, Cleavage of Aluminum Alloys in Liquid Mercury, *Corrosion*, **1974**, 30, 371–

- [64] B. Joseph, M. Picat, F. Barbier, Liquid Metal Embrittlement: A state-of-the-art appraisal, *The European Physical Journal, Applied Physics*, **1999**, 5, 19–31.
- [65] P. Gordon, H. H. An, The mechanisms of crack initiation and crack propagation in metal-induced embrittlement of metals, *Metallurgical Transactions A*, **1982**, 13, 457–472.
- [66] T. Kinstler, Cope Cracking Progress Report, Metalplate Galvanizing, Inc., Limited and internal circulation, **1992**.
- [67] Rozhanskii, Pertsov, Shchukin, Rebinder, The Effect of Thin Mercury Films on the Strength of Metal Single Crystals, *Sov. Phys. Dokl.*, 1957, 460.
- [68] M. G. Nicholas, C. F. Old, Liquid metal embrittlement, *Journal of Materials Science*, **1979**, 14, 1–18.
- [69] F. González, J. Lange, Behaviour of galvanized high strength grade 10.9 bolts under fire conditions, 6th International Conference on Structures in Fire SiF'10.
- [70] D. Klemens, S. Kaszàs, Untersuchung der Spannungsrißkorrosion von Baustählen in flüssigem Zink, *Materials and Corrosion*, **1992**, 43, 561–564.
- [71] DIN EN ISO 2178, Nichtmagnetische Überzüge auf magnetischen Grundmetallen - Messen der Schichtdicke - Magnetverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **1995-04**.
- [72] DIN ISO EN 6892-1, Metallische Werkstoffe Zugversuch-Teil : Prüfverfahren bei Raum-Temperatur, Beuth, Berlin [u.a.], **2009-12**.
- [73] M. Oechsner, J. Beyer, J. Adelman, B. Bozorgian, Hochtemperaturverzinkung von HV-Schraubengroßer Abmessungen, GAV Verzinken: Wissenpool, **2014**.
- [74] P. Stephan, F. Mayinger, K. Schaber, K. Stephan, *Thermodynamik*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, **2007**.
- [75] DIN 50125, Prüfung metallischer Werkstoffe- Zug Probe, Beuth, Berlin.
- [76] Wagner, J.; Tipler, P. A.; Mosca, G.; Basler, M.; Kommer, C. (Hrsg.), *Physik für Wissenschaftler und Ingenieure*, 7. dt. Aufl., Berlin, Springer Spektrum, **2015**.
- [77] D. Meschede, *Gerthsen Physik*, Springer Spektrum, Berlin, **2015**.
- [78] H. Fischer, *Werkstoffe in der Elektrotechnik*, Hanser, München, **1982**.
- [79] J. R. Christman, *Festkörperphysik*, Oldenbourg, München, **1995**.
- [80] J. B. Austin, Heat Capacity of Iron - A Review, *Ind. Eng. Chem.*, **1932**, 24, 1225–1235.
- [81] F. Richter, Die physikalischen Eigenschaften der Stähle Das „100-Stähle-Programm“, **2010**.
- [82] Dr. Sommer, Werkstoffdatenblatt: 42CrMo4, 1.7225, Dr. Sommer Werkstofftechnik GmbH, **2012**.
- [83] C. Wegst, M. Wegst, *Stahlschlüssel-Taschenbuch*, Verl. Stahlschlüssel Wegst, Marbach N., **2013**.
- [84] D. C. Giancoli, O. Eibl, *Physik*, Pearson Studium, München, **2010**.
- [85] S. Hunklinger, *Festkörperphysik*, De Gruyter Oldenbourg, München, **2014**.
- [86] M. Schwarz, Wärmeleitfähigkeit supraleitender Kompositleiter im Temperaturbereich von 4 K bis 300 K, Universität, **2009**.
- [87] R. Gross, A. Marx, *Festkörperphysik*, De Gruyter, Berlin, **2014**.
- [88] DIN EN 10083-3, Vergütungsstähle -Teil 3:Technische Lieferbedingungen für legierte Stähle; Deutsche Fassung EN 10083-3, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **2007-01**.
- [89] EN ISO 6892-2, Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 2: Prüfverfahren bei erhöhter Temperatur, Beuth Verlag GmbH, Berlin, **2011-5**.
- [90] B. Bozorgian, J. Beyer, M. Oechsner, Ein Verfahren zur Ermittlung der Rissentwicklung

- 
- während des Feuerverzinkens, Mat.-wiss. u. Werkstofftech, **2016**, 47, 5–11.
- [91] H. R. Schwarz, Numerische Mathematik, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, **1997**.
- [92] M. Hanke-Bourgeois, Grundlagen der Numerischen Mathematik und des Wissenschaftlichen Rechnens, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, **2002**.
- [93] A. Savitzky, M. J. E. Golay, Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures, Anal. Chem., **1964**, 36, 1627–1639.
- [94] J.-P. Kreiss, G. Neuhaus, Einführung in die Zeitreihenanalyse, Springer, Berlin, New York, **2006**.
- [95] T. W. Anderson, D. A. Darling, Asymptotic Theory of Certain "Goodness of Fit" Criteria Based on Stochastic Processes, Annals of Mathematical Statistics., **1952-06**, 193–212.
- [96] R.B. D'Agostino (Hrsg.), Goodness-of-fit techniques, 5. print, New York, NY, Dekker, **1986**.
- [97] G. V. Dallal, The little handbook of statistical practice, Place of publication not identified, **1999**.
- [98] DIN EN ISO 643, Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße, Barth, Berlin, **2013-05**.
- [99] W. Wessel, Mikrostrukturelle Untersuchungen der Rissinitiierung und -ausbreitung in intermetallischen TiAl-Legierungen unter zyklischer und quasistatischer Belastung, Kassel Univ. Press, Kassel, **2012**.



---

## Abbildungsverzeichnis

---

Bild 1:	Installierte Windenergieleistung weltweit in Gigawatt [1].....	1
Bild 2:	Schematischer Prozessablauf beim Feuerverzinken [21].....	4
Bild 3:	Zinkreiche Seite des Eisen-Zink-Phasendiagrammes. In der Praxis werden die Zustandsfelder oberhalb von 800 °C vernachlässigt [29]. ....	5
Bild 4:	Mikrostruktur einer durch NT-Verzinken aufgetragenen Zinkschicht auf einem Stahlteil. Die Zinkbeschichtung haftet fest auf der Oberfläche des Stahlteils [5]. ....	6
Bild 5:	Gefügeausbildung beim Feuerverzinken (Stückgut). In den schraffierten Bereichen wächst der Zinküberzug kompakt. Im grau eingefärbten Bereich ist der gebildete Überzug brüchig. Der Bereich des HT-Verzinkens (ab 530°C im Bild) ist hell schraffiert [5]. Die nicht schraffierten Bereiche (lineare Bereiche) sind für das Feuerverzinken irrelevant.....	7
Bild 6:	Die wichtigsten Einflussgrößen für die Entstehung von LMAC-Rissen beim Feuerverzinken [47].....	9
Bild 7:	Schematische Darstellung des Dekohäsions-Modells [59]. Das flüssige Zink schwächt die metallischen Bindungen im Eisen, ähnlich wie bei der Oxidation von Eisen. Daher wird LMAC auch flüssigmetallinduzierte Spannungsrisskorrosion genannt.....	11
Bild 8:	Mit Zink (hell) verfüllter LMAC-Riss in Eisen. Grundmaterial entnommen aus einer gewindeähnliche Probe. Der Rissverlauf ist interkristallin. ....	12
Bild 9:	Zur Rissentstehung durch oberflächenaktive Elemente [62]. ....	12
Bild 10:	Aufnahmen der Bruchflächen mittels REM. Die Merkmale eines interkristallinen Spaltbruchs sind deutlich zu erkennen. ....	13
Bild 11:	Zum Versetzungstau an einer Korngrenze [65] .....	14
Bild 12:	Spannungs-Aufweitungs-Diagramm, aufgenommen an Proben. Identische Proben wurden in einer Salzsäure und in einer Zinksäure belastet [47]. ....	14
Bild 13:	Schematische Darstellung des Temperatureinflusses auf LMAC (Duktilitätsstopp) [68]. TV markiert den Versprödungsbeginn und TE die Erholungstemperatur. ....	15
Bild 14:	Versagensmechanismen feuerverzinkter Schrauben bei verschiedenen Temperaturen [69]. ....	16
Bild 15:	Zugspannungsgrenzen bei verschiedenen Temperaturen [13, 65]. $T_1$ bis $T_4$ liegen im kritischen Temperaturintervall. $\sigma_k$ ist die temperaturabhängige kritische Grenzspannung, unterhalb der keine LMAC stattfindet.....	17
Bild 16:	Temperatur-Zeit-Verlauf bei der HT-Verzinkung einer HV-Schraube M36 [13]. ....	17
Bild 17:	Temperaturdifferenz (oben) und Spannungswerte für zylindrische Proben mit drei verschiedenen Durchmessern. Die Werte gelten für nicht vorgewärmte Proben, die HT-feuerverzinkt wurden [13]. ....	18
Bild 18:	Entstehung von Randzugspannungen an kritischen Kerbstellen bei einer HV-Schraube [40]. ....	19
Bild 19:	Schematische Darstellung der Hauptziele sowie deren zugrunde liegender Teilziele bzw. Vorgehensweisen. ....	23
Bild 20:	Schematische Darstellung der Prüfeinrichtung für den modifizierten Zugversuch an U-Proben [47]. ....	24

Bild 21: Mittelwert der gemessenen Schichtdicken nach dem Feuerverzinken. Die gemessenen Schichtdicken erfüllen die geforderte Mindestschichtdicke in DIN EN ISO 1461 [4].	27
Bild 22: a) Rissprüfung nach dem Magnetpulververfahren. Mit UV-Licht und fluoreszierender Prüfsuspension wurden die Risse detektiert. Die Risse wurden nur im ersten Gewindegang bei M72 und M64 Schrauben detektiert. b) Der Riss verläuft entlang der ehemaligen Austenitkorgrenzen. c) Interkristalliner Bruchverlauf mit deutlich klaffenden Korgrenzen im Randbereich. d) Auf der Bruchfläche wurde fast nur das Element Zink nachgewiesen.	29
Bild 23: Schematische Darstellung der Position der herausgeschnittenen Zugproben aus einer Schraube der Abmessung M72.	31
Bild 24: Die aus einer Schraube M72 angefertigten Proben. links) Probe für Dilatometer rechts) Probe für Zugversuch.	32
Bild 25: Die thermischen Ausdehnungen der herausgeschnittenen Proben zeigen ähnliche Verläufe.	32
Bild 26: Literaturwerte und Messergebnisse zum Wärmeausdehnungskoeffizient im Vergleich [73].	33
Bild 27: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Proben aus den verschiedenen Bereichen der Schraube.	34
Bild 28: Temperaturabhängigkeit der molaren Wärmekapazität von Eisen. Mit steigender Temperatur überschreitet die molare Wärmekapazität den Dulong-Petit-Wert (3R) [80].	35
Bild 29: Literaturwerte der spezifischen Wärmekapazität in Abhängigkeit zur Temperatur für zwei niedriglegierte Stähle [81-83].	35
Bild 30: Literaturwerte für die Wärmeleitfähigkeiten zweier niedriglegierter Stähle [73, 81, 82].	36
Bild 31: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit von hochreinem Kupfer, Kupfer, Messing und Edelstahl. Mit zunehmendem Anteil an Verunreinigungen nimmt die Wärmeleitfähigkeit ab [87].	37
Bild 32: Temperaturabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit der Eisenlegierungen [81].	38
Bild 33: Literaturwerte für das E-Modul zweier niedriglegierter Stähle [73, 82, 83].	39
Bild 34: Plastische Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Werkstoffe der untersuchten Schrauben bei verschiedenen Temperaturen [73].	40
Bild 35: Temperaturmessung während des Feuerverzinkens. Die Temperatur wird am Bohrungsende aufgezeichnet. Die Proben tauchen bis zur gestrichelten Linie in die Zinkschmelze ein [73].	41
Bild 36: Mit dem CT aufgenommenes Bild. Die Kanäle sind deutlich sichtbar [73]. Der Durchmesser der Probe beträgt 36 mm.	41
Bild 37: Nach der Beseitigung der Fehlerfaktoren wurden bei der Wiederholung des Messvorgangs nur geringe Messabweichungen beobachtet. Die zeitlichen Temperaturverläufe wurden am Rand der Probe gemessen.	42
Bild 38: Temperaturentwicklung in drei verschiedenen Messpunkten beim Normaltemperaturfeuerverzinken. Der Durchmesser der Probe-G beträgt 72 mm.	43

Bild 39: Vergleich der gemessenen Temperaturen mit den Ergebnissen der Simulation an den drei Messstellen, exemplarisch dargestellt für die HT-Verzinkung von Proben der Form G mit Durchmesser 72mm. Für die Simulation wurden jeweils drei verschiedene Wärmeübergangskoeffizienten angenommen. Bei der Annahme eines konstanten Wärmeübergangskoeffizienten von 3000 W/m <sup>2</sup> K stimmen Simulation und Messung am Rand der Probe außer in den ersten 10 Sekunden relativ gut überein. Bei diesen Simulationen wurde der Eintauchvorgang nicht simuliert.....	46
Bild 40: Bei den genauen Simulationen wurde der Eintauchvorgang durch einen zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten berücksichtigt. Dadurch wird der Temperaturverlauf noch realistischer nachgebildet als bei Simulationen mit konstantem Wärmeübergangskoeffizienten. ....	47
Bild 41: Die angenommenen zeitabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten für die verschiedenen Probengeometrien. ....	48
Bild 42: Vergleich zwischen Temperaturentwicklungen von Experiment und Simulationen am Rand der Probe .....	49
Bild 43: Schematische Darstellung der Randbedingungen beim Feuerverzinken. ....	50
Bild 44: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklungen am Randbereich der Probe (Simulation und Versuch). ....	51
Bild 45: Vergleich der zeitlichen Temperaturentwicklungen am Kernbereich der Probe (Simulation und Versuch). ....	51
Bild 46: Die errechneten und gemessene Temperaturverläufe. Die Simulationen wurden mit zeitabhängigem, stufenförmig veränderlichem Wärmeübergangskoeffizienten durchgeführt. Dadurch wird der Eintauchvorgang bei der Temperaturmessung hinreichend genau simuliert. ....	52
Bild 47: Die grafische Darstellung der Zeitabhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten. Alle drei Modelle sehen einen Wärmeübergangskoeffizienten vor, der mit der Zeit ansteigt. ....	52
Bild 48: Vergleich zwischen der zeitlichen Temperaturentwicklung an den Rändern von Proben mit unterschiedlichen Durchmessern. ....	53
Bild 49: Vergleich zwischen der zeitlichen Temperaturentwicklung an den Rändern von Proben mit unterschiedlichen Formen. ....	54
Bild 50: Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten der Proben für zwei unterschiedliche Durchmesser. Die Proben wurden HT-feuerverzinkt und zuvor auf 250°C vorgewärmt. Der Eintauchvorgang wurde durch die Annahme eines zeitabhängigen, stufenförmigen Wärmeübergangskoeffizienten simuliert. ....	55
Bild 51: Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten der Proben für zwei unterschiedliche Durchmesser. Die Proben wurden NT-verzinkt und nicht vorgewärmt.....	56
Bild 52: Zeitliche Entwicklung der Axialspannungen im ersten Schraubengewindegang der Schrauben M72 und M36 aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 während des HT-Verzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt, die Spannungen sind für den ersten Gewindegang bestimmt worden. Die Simulationen mit konstanten Randbedingung wurden als „h Konstant“ bezeichnet und die Simulationen mit zeitlichen veränderlichen Wärmeübergangskoeffizienten ( $h_{eff}$ -zeitabhängig) als „h Real“.....	58



Bild 53: Die interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus ermittelten Werten (nicht ausgefüllte Punkte).....	59
Bild 54: Simulation der thermisch induzierten Spannungen in Schrauben (erster Gewindegang) aus dem Werkstoff 30CrNiMo8 nach 200 Sekunden. Bei Schrauben mit den Durchmessern 64 mm und 72 mm (mit Dreieck markierte Punkte) wurden Risse beobachtet. Die gelieferten Schrauben M36 und M48 (nicht ausgefüllte Punkte) bestanden nicht aus dem Werkstoff 30CrNiMo8.....	60
Bild 55: Die linear interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus den in 6.1 ermittelten Werten für die Durchmesser M36 und M72 (nicht ausgefüllte Punkten) für Vorgewärmten HT-verzinkten Schrauben. ....	61
Bild 56: Die linear interpolierten Wärmeübergangskoeffizienten (ausgefüllt) für die Durchmesser 48 mm, 56 mm und 64 mm aus den in 6.1 ermittelten Werten für die Durchmesser M36 und M72 (nicht ausgefüllte Punkte) für die NT-Verzinkung.....	61
Bild 57: Simuliertes Spannungs-Dehnungs-Diagramm im Gewindegrund des Gewindeauslaufs beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen. Die Schraube wird sehr schnell in die Zinkschmelze eingetaucht (3 bis 5 Sekunden). Im Diagramm sind Einzelwerte angegeben, die zu verschiedenen Zeitpunkten an der rot markierten Stelle bestimmt wurden. ....	62
Bild 58: Simuliertes Spannungs-Dehnungs-Diagramm für verschiedene Gewindegängen sowie den Kopf-Schaft-Übergang einer M72 Schraube während des HT-Verzinkens. Die Schraube wurde nicht vorgewärmt. ....	63
Bild 59: Zeitlich Entwicklung der Dehnungen und Spannung in einem Punkt auf der Mitte der Oberfläche des Schaftes einer Schraube der Abmessung M72 aus 30CrNiMo8 während des HT-Feuerverzinkens. Aufgrund der hohen Temperaturgradienten zwischen Rand- und Kernbereich der Schraube werden in den ersten Sekunden des Feuerverzinkungsvorgangs hohe Druckspannungen in diesem Punkt induziert. ....	65
Bild 60: Zeitliche Entwicklung der Dehnungen und Spannungen im letzten Gewindegang einer Schraube M72 während des HT-Feuerverzinkens. Die thermische Dehnung wird sowohl durch den Temperaturgradienten als auch aufgrund der Geometrie der Gewinde zuerst stark behindert, sodass dieser Punkt gestaucht wird.....	65
Bild 61: Temperaturverteilung in der Schraube mit Abmessung M72 1,5 Sekunden nach dem Eintauchen der Schraube in die Zinkschmelze. Die Temperatur der Zinkschmelze beträgt 570 °C, die Schraube wurde nicht vorgewärmt.....	66
Bild 62: Zeitliche Entwicklung der Dehnungen und Spannung im ersten Gewindegang einer Schraube M72 aus 30CrNiMo8 während des HT-Feuerverzinkens. Die thermische Dehnung ist genauso groß wie im letzten Gewindegang, aber die mechanische Dehnung ist deutlich größer als im letzten Gewindegang. Der Grund dafür sind die hohen thermischen Gradienten.....	67
Bild 63: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm im ersten Gewindegang während des HT-Verzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt. Alle Schraubendurchmesser (M36 bis M72) werden im ersten Gewindegang lokal sowohl im Druckbereich als auch im Zugbereich plastisch deformiert.....	68
Bild 64: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm währen des HT-Feuerverzinkens. Die Schrauben wurden vorgewärmt. Alle Schrauben werden im Druckbereich plastisch deformiert. ....	68



Bild 65: Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm während des NT-Feuerverzinkens. Die Schrauben wurden nicht vorgewärmt. Keine Schraube wurde im Zugbereich plastisch deformiert.....	69
Bild 66: Technische Zeichnung der verwendeten U-Proben für die Untersuchungen zur LMAC.....	71
Bild 67: Vergleich zwischen zwei durchgeführten Zugversuchen an einer Schraube (Werkstoff 30CrNiMo8) und einer U-Probe (Werkstoff 42CrMo4). Streckgrenze und Zugfestigkeit liefern ähnliche Werte. ....	72
Bild 68: Die vergüteten U-Proben versagen in der Zinkschmelze bei geringeren Belastungen. Punkt M markiert die maximale gemessene Belastungskraft in der Zinkschmelze. ....	73
Bild 69: LMAC-Riss an einer in der Zinkschmelze belasteten Probe. Der Riss ist mit Zink verfüllt [47]. ....	74
Bild 70: Übersicht der Bruchfläche mit der Markierung der interkristallinen Zone (Zone 1), der transkristallinen Zone mit Spaltflächen (Zone 2) und duktiler Waben (Zone 3). Die Proben wurden nur bis zum Maximalpunkt des Kraft-Aufweitung-Diagrammes (Punkt M im Bild 68) in geschmolzenem Zink belastet. Sobald die Kraft wieder abnahm, wurden die Probe nicht weiter auseinandergezogen a) $T_{\text{Zink}} = 460\text{ °C}$ . b) $T_{\text{Zink}} = 570\text{ °C}$ .....	74
Bild 71: a) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 1. Die interkristallinen Trennungen sind deutlich zu erkennen. Der Bruch ist eindeutig als LMAC-Riss zu identifizieren. Der Zinkbelag wurde mit Salzsäure entfernt. b) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 2. Die transkristallinen Spaltflächen sind deutlich zu erkennen. c) Detailaufnahme aus dem Bild 70a Zone 3. Die duktilen Wabenstrukturen sind deutlich zu erkennen. d) EDX-Analyse der Bruchfläche der Zone 1. Der Zinkbelag ist deutlich zu erkennen. e) EDX-Analyse der Bruchfläche der Zone 2. Auf der Bruchfläche sind nur Eisenlinien zu beobachten. ....	76
Bild 72: Übersicht der Bruchflächen mit der Markierung der interkristallinen (Zone 1) und der duktilen Waben (Zone 2). Die Proben wurden nur bis zum Ende des Kraft-Aufweutungs-Diagrammes (maximal mögliche Aufweitung) in geschmolzenem Zink belastet. a) $T_{\text{Zink}} = 460\text{ °C}$ . b) $T_{\text{Zink}} = 570\text{ °C}$ .....	77
Bild 73: a) Detailaufnahme aus dem Bild 72b Zone 1. Die interkristallinen Trennungen sind deutlich zu erkennen. Der Bruch ist eindeutig ein LMAC-Riss. Der Zinkbelag wurde mit Salzsäure entfernt. b) Detailaufnahme aus dem Bild 72b Zone 2. Die duktilen Wabenstrukturen sind deutlich zu erkennen. ....	77
Bild 74: EDX-Analyse der Bruchfläche in Bild 72b. a) EDX-Analyse der Bruchfläche in Zone 1. Der Zinkbelag ist deutlich zu erkennen. b) EDX-Analyse der Bruchfläche in Zone 2. Auf der Bruchfläche sind nur Eisenlinien zu beobachten. ....	78
Bild 75: Abgeleitete Steifigkeitskurven aus den Kraft-Aufweutungs-Diagrammen. Die Temperatur der Schmelze beträgt $570\text{ °C}$ . ....	79
Bild 76: Steifigkeitskurven bei verschiedenen Temperaturen und Schmelzen. Bei jeder Temperatur nimmt die Steifigkeit der Proben in der Zinkschmelze ab einer kritischen Aufweitung (Punkt C) deutlich schneller ab als in der entsprechenden Salzschmelze.....	80
Bild 77: Verwendete U-Proben-Geometrie von Körber [47] .....	80

Bild 78: Aufgezeichnete Messwerte in verschiedenen Zinkschmelzen und einer Salzschmelze [47]. .....	81
Bild 79: Auftragung der abgeleiteten Nennspannungen aus Bild 78 über der Aufweitung. ....	82
Bild 80: Übertragung des Rissinitiierungspunkt (Punkt E) vom Steifigkeits-Aufweitungs-Diagramm in das Kraft-Aufweitungs-Diagramm .....	83
Bild 81: Abbildungen der Verteilungsfunktion der berechneten Normalverteilung und der Verteilungsfunktion der Rissinitiierungspunkte auf einem Wahrscheinlichkeitsnetz. ....	84
Bild 82: Wahrscheinlichkeitsdichte für LMAC. Die runden Punkte zeigen die Belastungskräfte für Versuche zur Verifizierung der abgeleiteten Rissinitiierungspunkte. ....	85
Bild 83: Schliffbild der in der Salzschmelze belasteten Probe. Die Tiefe der Oberflächenbeschädigung beträgt ca. $9\text{ }\mu\text{m}$ . ....	85
Bild 84: Die Korngrenzen des Werkstoffes der U-Proben .....	86
Bild 85: Randschädigungen auf den in der Zinkschmelze belasteten Proben a) Die Probe wurde bis zum Punkt A in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde bis zum Punkt B in Bild 82 belastet. ....	86
Bild 86: a) Die Probe wurde bis zum Punkt C in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde bis zum Punkt D in Bild 82 belastet. Die Tiefe der Korngrenzen Schädigungen sind größer als zwei mittlere Korndurchmesser. ....	87
Bild 87: Die induzierten LMAC-Risse bei verschiedenen Belastungsniveaus a) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt E in Bild 82 belastet. b) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt F in Bild 82 belastet. c) Die Probe wurde in der Zinkschmelze bis zum Punkt G in Bild 82 belastet. d) Vergrößerung der Rissspitze aus Bild 87c Auf. dem Bild 87c wurde der Bereich mit einem Kreis markiert. ....	88
Bild 88: Mittelwert des Kraft-Aufweitung-Diagramms. Die Punkte markieren die Belastungskraft der durchgeführten Versuche auf dem Kraft-Aufweitung-Diagramm. Die Balken zeigen die $3\sigma$ -Umgebung. ....	89
Bild 89: Spannungsverteilung (1. Hauptspannung) in einer U-Probe. ....	90
Bild 90: Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Der Stern markiert die Spannung bei Punkt E auf dem Bild 88 (gleiche Aufweitung). Die gestrichelt Linie zeigt die $-3\sigma$ Grenze aus Bild 88. ....	90
Bild 91: Das Bild zeigt die induzierten maximalen Axialspannungen im ersten Gewindegang beim Feuerverzinken und die $-3\sigma$ -Grenze. ....	91
Bild 92: Beispielhaftes Bild für zulässiges Spannungsniveaus, unterhalb derer feuerverzinkte Bauteile frei von LMAC bleiben. ....	92

---

## Tabellenverzeichnis

---

Tabelle 1: Intermetallische Phasen, gebildet im Zinküberzug bei der NT-Verzinkung eines siliziumarmen Stahles (430 °C bis 490 °C) [33]. .....	6
Tabelle 2: Effektive Wärmeübergangskoeffizienten heff der verschiedenen Zinkbadklassen nach DASt-Richtlinie 022 [52]. .....	10
Tabelle 3: Abmessungen und Werkstoffe der Schrauben und bauteilähnlichen Probe .....	25
Tabelle 4: Anzahl der feuerverzinkten Schrauben und auf deren ersten Gewindegängen detektierte Risse. ....	26
Tabelle 5: Aufgebrachte Zugkräfte vor der Rissprüfung. ....	28
Tabelle 6: Aus den Versuchsergebnissen berechnete Kennwerte des Schraubenwerkstoffs. ....	34
Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stähle [88]. ....	38
Tabelle 8: Mittelwerte und Abweichungen der Temperaturmessungen in der Salzschmelze. Die Werte wurden aus sieben einzelnen Messungen berechnet. Die Versuche wurden nur mit der Probenform A durchgeführt. Die Messwerte wurden in Bild 37 mit Kreisen markiert. ....	43
Tabelle 9: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden nach Beginn des Verzinkungsvorgangs bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden ohne Vorwärmen HT-verzinkt. ....	53
Tabelle 10: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden nach Beginn des Verzinkungsvorgangs bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden zuerst auf 250 °C vorgewärmt und danach HT-verzinkt. ....	55
Tabelle 11: Die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nach 10 Sekunden bei verschiedenen Probenformen mit zwei unterschiedlichen Durchmessern. Die Proben wurden ohne Vorwärmen NT-verzinkt. ....	56
Tabelle 12: Die abgelesenen Rissinitiierungspunkte .....	83



## Formelverzeichnis

Größe	Einheit in SI	Beschreibung
$Q$	J	Wärme
$\dot{Q}$	W	Wärmestrom
$A$	$\text{m}^2$	Fläche
$c$	J/(kg K)	spezifische Wärmekapazität
$C_m$	J/(mol K)	molare Wärmekapazität
$k_B$	$1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$	Boltzmann-Konstante
$m$	kg	Masse
$M$	Kg/ mol	Molare Masse
$\rho$	$\text{kg/m}^3$	Dichte
$R$	$8,314 \text{ J/(mol K)}$	Universelle Gaskonstante
$s_d$	m	Schichtdicke
$T$	K	Temperatur
$t$	s	Zeit
$\Delta$	-	Differenz (Delta)
$E$	Pa	Elastizitätsmodul
$\alpha$	1/K	Wärmeausdehnungskoeffizient
$\varepsilon$	-	Dehnung
$\lambda$	W/(m K)	Wärmeleitfähigkeit
$\sigma$	Pa	Spannung (Mechanik)
$d$		Ableitung



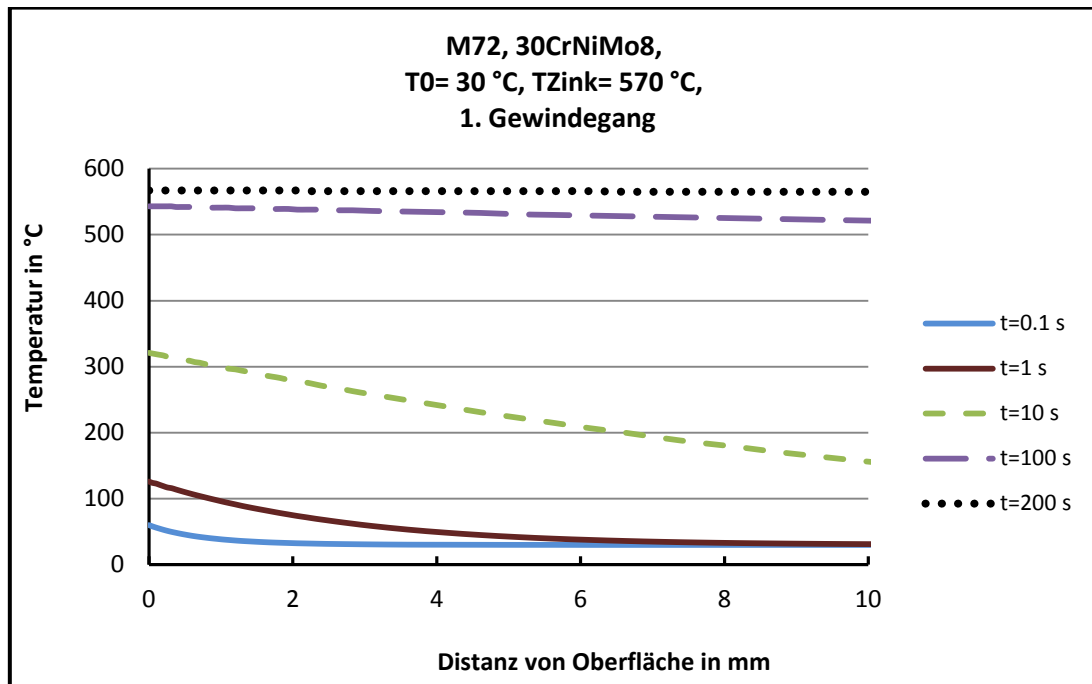


Bild A-1: Zeitliche Temperaturentwicklung von dem ersten Gewindegang zum Kern in den ersten 10 mm beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9. Die Schraube wurde nicht vorgewärmt.

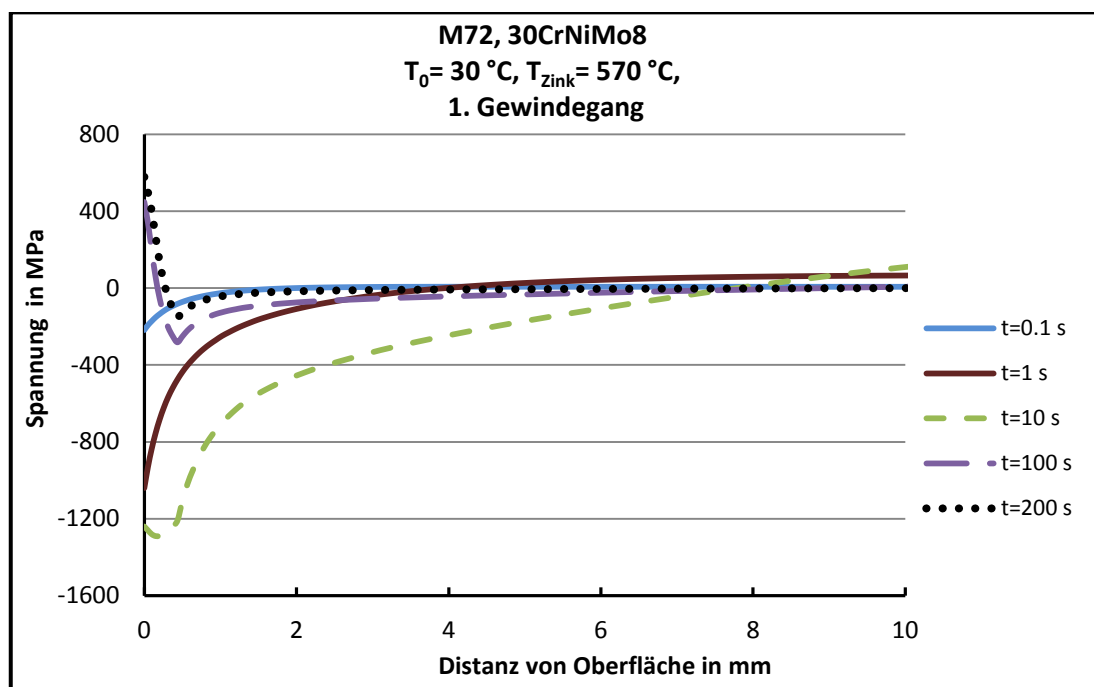


Bild A-2: Zeitliche Spannungsentwicklung von dem ersten Gewindegang bis zum Kern in den ersten 10 mm beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen.

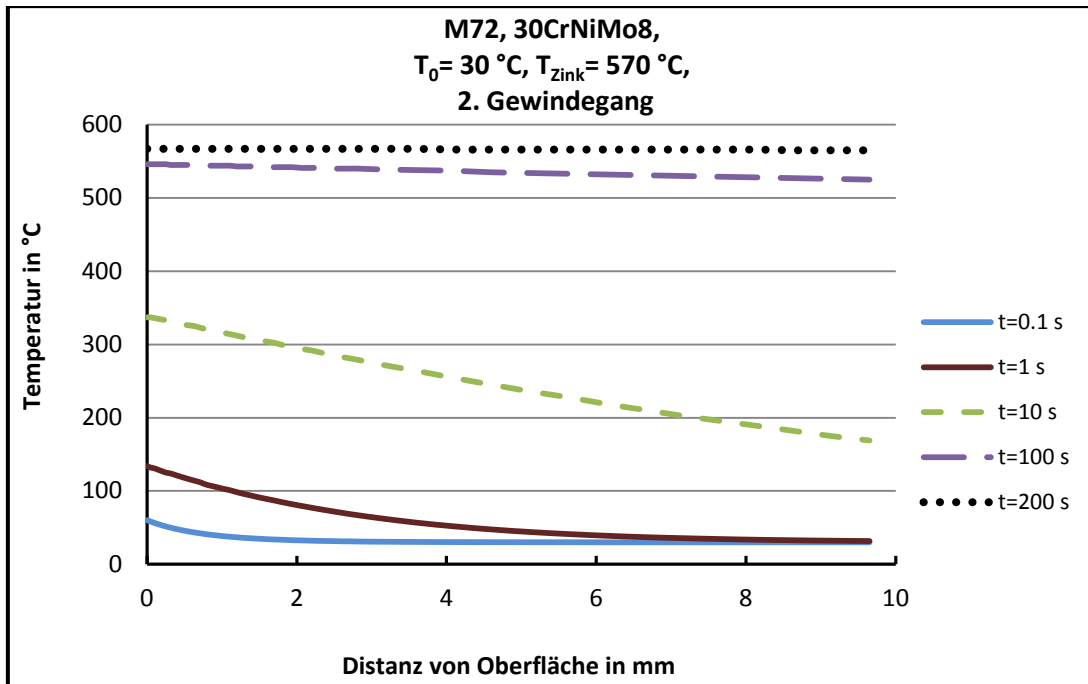


Bild A-3: Zeitliche Temperaturentwicklung von dem zweiten Gewindegang zum Kern in den ersten 10 mm beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen.

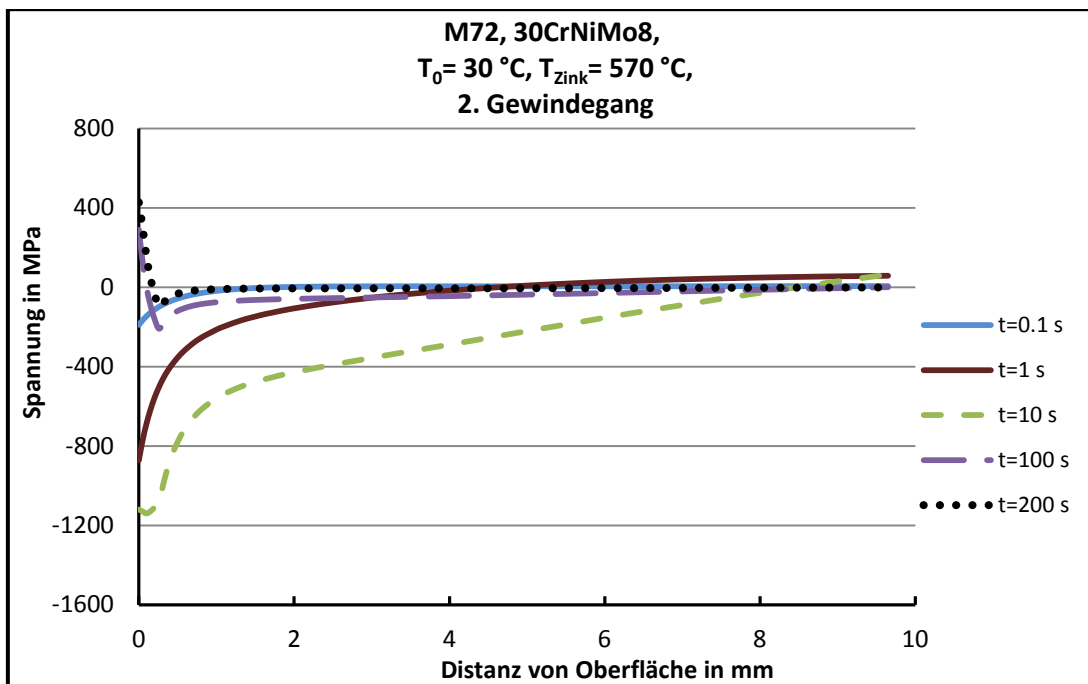


Bild A-4: Zeitliche Spannungsentwicklung von dem ersten Gewindegang bis zum Kern in den ersten 10 mm beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen.



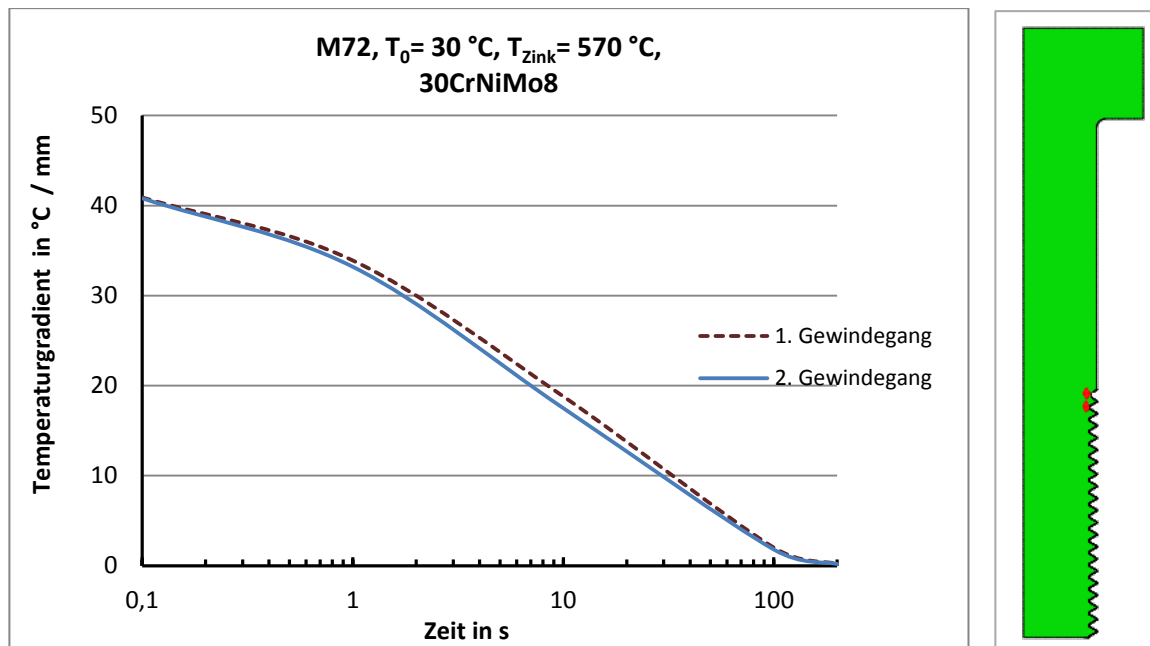


Bild A-5: Zeitliche Verläufe der Temperaturgradienten an den rot markierten Stellen beim HT-Verzinken einer Schraube M72 10.9 ohne Vorwärmen.

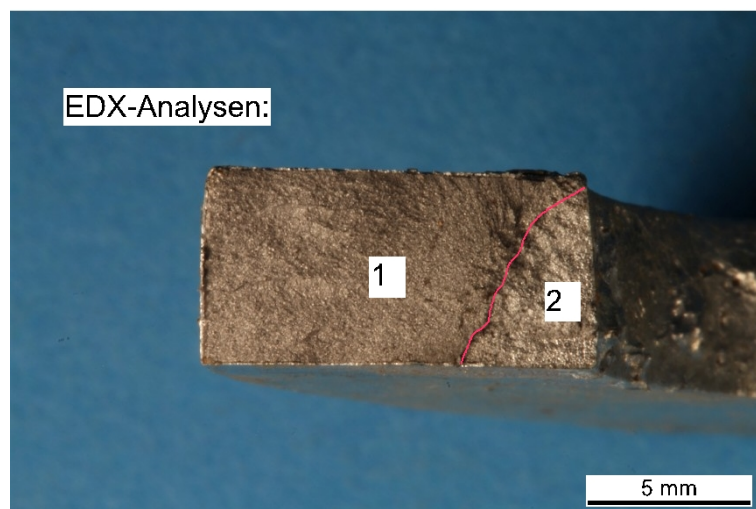


Bild B-1: Übersicht der Bruchfläche bei U-Probe. Die Probe wurden nur bis zum Maximalpunkt des Kraft-Aufweitung-Diagrammes (Punkt M im Bild 68) in geschmolzenem Zink belastet.

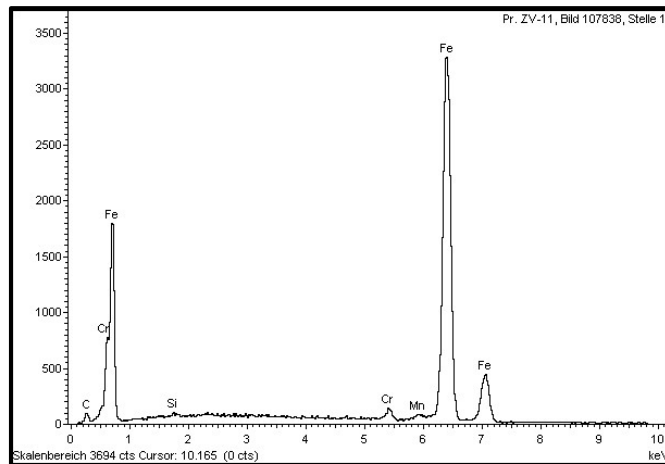


Bild B-2: EDX-Analyse Bild B-1- Stelle1, Grundwerkstoff

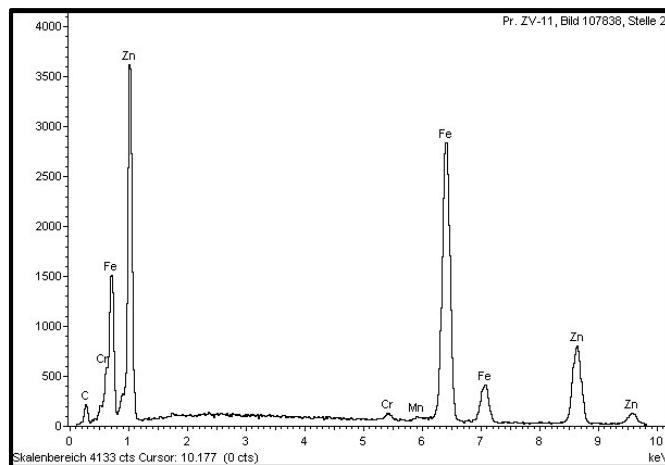


Bild B-3: EDX-Analyse Bild B-1- Stelle1, Zinkbelag

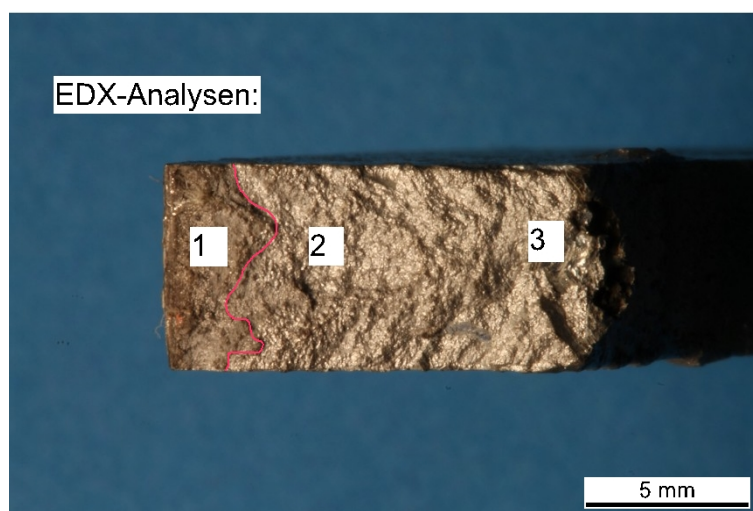


Bild B-4: :Übersicht der Bruchfläche bei U-Probe. Die Probe wurde nur bis zum Ende des Kraft-Aufweitungs-Diagrammes (maximal mögliche Aufweitung) in geschmolzenem Zink belastet.

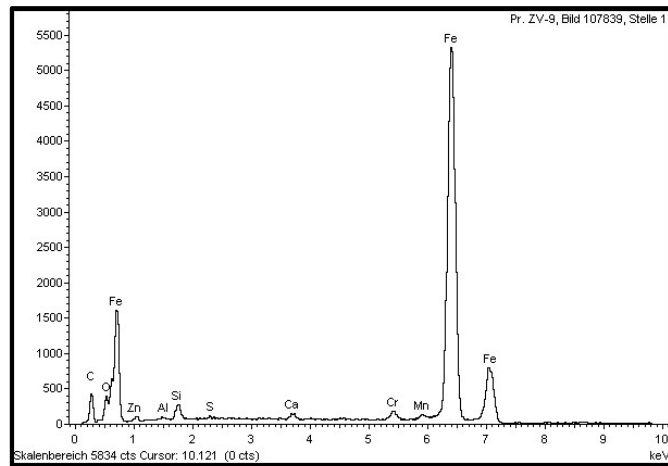


Bild B-5: EDX-Analyse Bild B-4- Stelle1, Grundwerkstoff

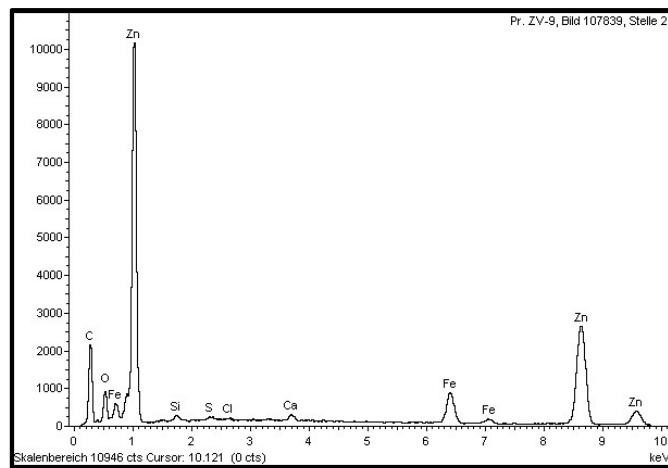


Bild B-6: EDX-Analyse Bild B-4- Stelle2, Zinkblag

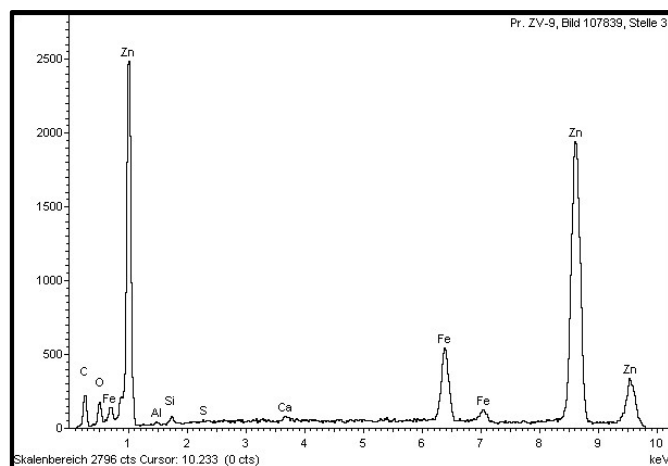


Bild B-7: EDX-Analyse Bild B-4- Stelle3, Zinkblag

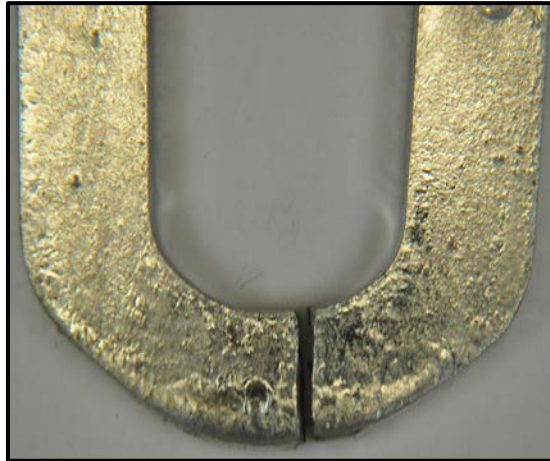


Bild B-8: Die Proben wurden nur bis zum Maximalpunkt des Kraft-Aufweitung-Diagrammes (Punkt M im Bild 68) in geschmolzenem Zink belastet. Die Proben brachen nicht in der Zinkschmelze komplett. Erst nach erfolgter Tiefkühlung zerbrach die Probe in der Zugprüfmaschine vollständig.



Bild B-9: Nach der Entfernung des Zinkbelags von der Probenoberfläche sind neben dem Hauptriss noch kleinere Risse zu erkennen.

---

## Lebenslauf

---

### Persönliche Daten



Name	Belash Bozorgian
Geburtstag	07.06.1973
Geburtsort	Teheran
Kontakt:	belashbozorgian@gmail.com

### Berufserfahrung

11/2011 bis 01/2016	Wissenschaftlicher Mitarbeiter, Staatliche Materialprüfungsanstalt, TU Darmstadt
10/2010 bis 01/2011	Wissenschaftlicher Mitarbeiter, Institut für Kernphysik, TU Darmstadt
07/2001 bis 09/2010	Wissenschaftliche Hilfskraft Staatliche Materialprüfungsanstalt, TU Darmstadt

### Veröffentlichung

Materials Science & Engineering 01/2016	Ein Verfahren zur Ermittlung der Rissentwicklung während des Feuerverzinkens DOI: 10.1002/mawe.201500465
Materials Science & Engineering 08/2015	Studies on the potential of risk of liquid metal assisted cracking (LMAC) in normal- and high temperature hot-dip galvanizing of high strength bolts of dimension greater M24 DOI: 10.1002/mawe.201500399

### Ausbildung

10.1998 bis 03.2010	Studium, Fachbereich Physik, TU Darmstadt Vertiefung Festkörperphysik
10.1997 bis 06.1999	Studienkolleg TU Darmstadt
01.1994 bis 01.1997	Motahari Gymnasium, Teheran